

UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ

CAMILA MARÇAL GOBI

**ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA INCORPORAÇÃO DE NANO- Fe_3O_4 NA
REATIVIDADE DE AGREGADOS EM ARGAMASSAS E CONCRETOS DE
CIMENTO PORTLAND**

CURITIBA

2017

CAMILA MARÇAL GOBI

**ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA INCORPORAÇÃO DE NANO-Fe₃O₄ NA
REATIVIDADE DE AGREGADOS EM ARGAMASSAS E CONCRETOS DE
CIMENTO PORTLAND**

Dissertação apresentada ao Programa Interdisciplinar de Pós-Graduação em Engenharia (PIPE), Área de Concentração em Engenharia e Ciências de Materiais, Setor de Tecnologia, Universidade Federal do Paraná, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Ciências.

Orientador: Dr. Kleber Franke Portella
Co-orientadora: Dra. Mariana D'Orey Gaivão
Portella Bragança

CURITIBA

2017

G575

Gobi, Camila Marçal

Estudo da influência da incorporação de NANO-Fe₃O₄ na reatividade de agregados em argamassas e concretos de cimento portland / Camila Marçal Gobi; orientador Kleber Franke Portella. — 2017.
133 f.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Paraná - Setor de Tecnologia, Curitiba/PR, 2017.

1. Reação álcali-agregado. 2. Nano-magnetita. 3. Variação mássica. I. Dissertação (Mestrado) – Programa do Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais. II. Título.

CDD – 620.137



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
Setor TECNOLOGIA
Programa de Pós-Graduação ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS

ATA Nº322

**ATA DE SESSÃO PÚBLICA DE DEFESA DE MESTRADO PARA A OBTENÇÃO DO
GRAU DE MESTRE EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS**

No dia vinte e dois de Fevereiro de dois mil e dezessete às 09:00 horas, na sala Sala 1, Institutos Lactec - LAC, foram instalados os trabalhos de arguição da mestranda **CAMILA MARÇAL GOBI** para a Defesa Pública de sua dissertação intitulada **ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA INCORPORAÇÃO DE NANO-Fe₃O₄ NA REATIVIDADE DE AGREGADOS EM ARGAMASSAS E CONCRETOS DE CIMENTO PORTLAND**. A Banca Examinadora, designada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação em ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS da Universidade Federal do Paraná, foi constituída pelos seguintes Membros: KLEBER FRANKE PORTELLA (UFPR), VITOLDO SWINKA FILHO (UFPR), ANDRÉ NAGALLI (UTFPR). Dando início à sessão, a presidência passou a palavra a discente, para que a mesma expusesse seu trabalho aos presentes. Em seguida, a presidência passou a palavra a cada um dos Examinadores, para suas respectivas arguições. A aluna respondeu a cada um dos arguidores. A presidência retomou a palavra para suas considerações finais e, depois, solicitou que os presentes e a mestranda deixassem a sala. A Banca Examinadora, então, reuniu-se sigilosamente e, após a discussão de suas avaliações, decidiu-se pela APPROVAÇÃO da aluna. A mestranda foi convidada a ingressar novamente na sala, bem como os demais assistentes, após o que a presidência fez a leitura do Parecer da Banca Examinadora. Nada mais havendo a tratar a presidência deu por encerrada a sessão, da qual eu, KLEBER FRANKE PORTELLA, lavrei a presente ata, que vai assinada por mim e pelos membros da Comissão Examinadora.

CURITIBA, 22 de Fevereiro de 2017.

KLEBER FRANKE PORTELLA

Presidente da Banca Examinadora (UFPR)

VITOLDO SWINKA FILHO

Avaliador Interno (UFPR)

ANDRÉ NAGALLI

Avaliador Externo (UTFPR)

PROF. DR. CÉSAR A. DARTORA
VICE-COORDENADOR DO PROGRAMA
DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA
E CIÊNCIA DOS MATERIAIS - PIPE
UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ

AGRADECIMENTOS

A Deus primeiramente; pela vida, bênçãos, proteção, e por me encorajar sempre.

Aos professores e pesquisadores do Programa de Pós-graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais da Universidade Federal do Paraná (PIPE), em especial ao Doutor Kleber Franke Portella, meu orientador, pela confiança, pelos puxões de orelha, e sobretudo por ser um exemplo de profissional dedicado, atencioso e competente.

À Doutora Mariana D'Orey Gaivão Portella Bragança, minha co-orientadora, que foi os meus braços direito e esquerdo no decorrer de toda a pesquisa; obrigada pela acolhida no grupo de durabilidade de concreto, e pelo incentivo constante durante esses dois anos de estudo.

A todos os amigos que tenho no Departamento de Pesquisa em Estruturas Civis dos Institutos Lactec - LAME, destacando-se o grupo de Durabilidade de Materiais, pelas discussões durante os cafés com ciência e apoio laboratorial; e à toda a equipe do Laboratório de Ensaios Pesados pela ajuda constante em todos os ensaios que foram realizados no desenvolvimento deste trabalho; em especial ao Evandro e ao Giovani, que encabeçaram os ensaios de RAA, ao Bruno, por todo apoio na execução dos ensaios e pelas tardes de MEV, ao Jeferson e a Betina, por disponibilizarem a estrutura do laboratório e estarem sempre dispostos a ajudar, e à Rafaela, que além de minha irmã, participou ativamente da minha pesquisa, ajudando com carinho, tanto na parte técnica, quanto no envio dos resultados dos ensaios.

No âmbito pessoal, aos meus pais Isa Regina e João, por quem tenho uma profunda admiração e inestimável respeito. Obrigada pelo carinho, amor, apoio e pelas preciosas orientações para a vida. À minha outra irmã, Gabriela, e à minha avó Erenita, pelo carinho, torcida e incentivo. Ao Thiago e à Mona, pela amizade e pelos momentos de descontração.

Por fim, o meu profundo agradecimento é para o meu noivo Gabriel. Temos vivido muitos anos de cumplicidade, respeito e incentivo mútuo. Falo de uma das

pessoas mais especiais que tive contato ao longo da minha vida. Muito obrigada por tudo; o seu incentivo, paciência, dedicação e amor foram determinantes para que eu conseguisse finalizar o Mestrado.

Também não poderia deixar de agradecer às Centrais Elétricas do Rio Jordão (ELEJOR); ao Programa de Pesquisa e Desenvolvimento da Agência Nacional de Energia Elétrica (ANEEL) pelo apoio e suporte financeiro, por meio do P&D 2945-0004/2013; ao CNPq, Lei 8010/90, principalmente à LI 14/3445028-1 DI_14/2190047-7; ao CNPq, Bolsa Produtividade em Pesquisa 305718/2011-8; e à Universidade Federal do Paraná/PIPE.

E, a todos os demais que, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização desta dissertação.

“Talvez não tenha conseguido fazer o melhor, mas lutei para que o melhor fosse feito. Não sou o que deveria ser, mas Graças a Deus, não sou o que era antes”.

Marthin Luther King

RESUMO

A reação álcali-agregado (RAA) é um mecanismo de degradação que ocorre em diversas estruturas de concreto submetidas a condições frequentes de umidade. De forma geral, trata-se de uma reação fundamentada em interações químicas entre os minerais constituintes do agregado e os álcalis presentes no cimento Portland, em presença de água. O produto formado é um gel sílico-alcalino que se expande na presença de umidade e pode impulsionar processos de fissuração nas estruturas de concreto devido ao aumento das tensões confinantes no interior dos poros do mesmo. Atualmente, já estão disponíveis várias metodologias para indicar a presença da RAA em estruturas degradadas e avaliar previamente o potencial reativo dos agregados empregados nas obras civis. Dentre os métodos de investigação mais comuns, pode-se citar por exemplo: a análise petrográfica do agregado; a microscopia eletrônica de varredura associada à espectroscopia por energia dispersiva de raios X; e o mais comum dos métodos: a avaliação da RAA envolvendo os ensaios laboratoriais normatizados pela NBR 15577 (ABNT, 2008), que permitem o diagnóstico desta manifestação patológica por meio do monitoramento da expansão de corpos-de-prova submetidos a meios agressivos. Desta forma, utilizando os métodos descritos na normativa, a intenção deste trabalho foi estudar a influência da incorporação de nano- Fe_3O_4 na reatividade de agregados em argamassas e concretos de cimento Portland, quando expostos a condições ambientais desfavoráveis. Além deste estudo, também foi possível verificar a relação entre a expansão experimentada pelos CP's ensaiados e a absorção de água no decorrer do ensaio, por meio do monitoramento periódico das massas das amostras; a fim de observar a expansão devido à saturação dos materiais submetidos à condição de umidade excessiva, e avaliar a sua utilização como um método de investigação da RAA. Simultaneamente a estes estudos, concretos com adição de 1% de nano-magnetita foram investigados quanto às suas propriedades físicas e mecânicas, e a conclusão obtida foi de que, com 1 ano de idade, a adição apresentou indícios de reação com o meio cimentício e diminuiu a produção de gel de RAA no interior destes; além disso, todos os resultados apresentaram parâmetros condizentes com as recomendações normativas. As conclusões obtidas nesta pesquisa evidenciaram a possibilidade de expansão do estudo da técnica de adição de nano-magnetita para concretos, que por serem ensaiados em condições de menor agressividade tendem a reagir com a adição nanométrica, mesmo que lentamente. Além disso, os dados obtidos para o monitoramento da variação mássica nos prismas, permitiram comprovar que a técnica pode ser utilizada de forma complementar a metodologia normativa de avaliação da expansão, pois, para o monitoramento ao longo de 365 dias, o ensaio de variação dimensional indicou a ausência de reação. Os produtos formados no interior dos concretos tendem, inicialmente, a acumular-se nos poros e vazios, desta forma, a expansão dos prismas pode ocorrer apenas para idades mais avançadas, muito embora já haja formação inicial de gel, identificada pela variação de massa.

Palavra-Chave: Reação álcali-agregado. Manifestação patológica. Métodos de investigação. Nano-magnetita. Variação mássica.

ABSTRACT

Alkali-aggregate reaction (AAR) is a degradation mechanism that occurs in several concrete structures subject to constant humidity conditions. In general, it is a reaction based on chemical interactions among the aggregate mineral components and alkalis contained in Portland cement, in presence of water. The formed product is a silico-alkaline gel that expands in the presence of moisture and may boost cracking processes at concrete structures due to increased confined stress inside their pores. Currently, several methods are available to diagnose the presence of AAR in degraded structures and perform a prior evaluation of the reactive potential of aggregates used in engineering works. Amongst the more common methods of investigation, some are worth mentioning, such as: aggregate petrographic analysis, scanning electron microscope associated with energy dispersive spectroscopy X-ray and the most common method: evaluation of AAR involving NBR 15577 standardized laboratory tests (ABNT, 2008), that allows the diagnosis of pathological manifestations by monitoring the expansion on samples subjected to aggressive environments. Thus, using the methods described in the normative, the primary intention was to study the influence of nano- Fe_3O_4 embedding in the reactivity of aggregates in Portland cement mortars and concretes when exposed to unfavorable environmental conditions. Aside from this study, it was also possible to verify the relationship between the expansion experienced by the samples tested and the water absorption during testing, by periodic monitoring of the sample masses; in order to observe the expansion due to saturation of the samples subjected to excessive moisture conditions, and evaluate its use as an additional method of AAR investigation. Simultaneously, concretes with a 1% addition of nano-magnetite were investigated as to their physical and mechanical properties, and it was concluded that, within 1 year, the addition didn't show any signs of reaction with cement and decreased the production of AAR gel on the inside of these samples; besides, all results presented parameters fitting with standardized recommendations. The conclusions obtained from this study shows the possibility of expanding the study of nano-magnetite additions techniques for concrete, which, because they are tested in less aggressive conditions, tend to react with nanometric additions, even if slowly. Furthermore, the data obtained for monitoring the mass variations in the prisms, proved that the technique can be utilized, complementarily to the standard expansion evaluation methodology, since, for the 365 days monitoring, the dimensional variance test indicated the absence of reaction. The products formed within the concrete tend at first to accumulate in the pores and voids, thus the expansion of the prisms can occur only for more advanced ages, although there are already initial gel formation, identified by mass variation.

Keywords: Alkali-aggregate reaction. Pathological manifestation. Investigation methods. Nano-magnetite. Mass variation.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 2.1 - ESQUEMA DO MECANISMO DE REAÇÃO DA RAS, BASEADA NA TEORIA DA DUPLA CAMADA DIFUSA DE ELÉTRONS. EM (A), O AGREGADO CONTENDO SILICATOS REATIVOS; EM (B) O MECANISMO DE DISSOLUÇÃO DA SÍLICA; EM (C) A FORMAÇÃO DAS ESPÉCIES ($\equiv\text{Si}-\text{O}^-$); E EM (D), A FORMAÇÃO DO GEL SÍLICO-ALCALINO	44
FIGURA 2.2 - DETALHE DA FISSURA NO GEL GRETADO CARACTERÍSTICO DA REAÇÃO ÁLCALI-AGREGADO.....	48
FIGURA 3.1 – METODOLOGIAS EMPREGADAS NA PESQUISA	55
FIGURA 3.2 - AGREGADO BASÁLTICO REATIVO QUE FOI UTILIZADO EM TODOS OS ENSAIOS	60
FIGURA 3.3 - MOLDE DAS BARRAS (A) E A ARGAMASSA EM ESTADO FRESCO, LOGO APÓS A DOSAGEM (B)	60
FIGURA 3.4 - CÂMARA ÚMIDA UTILIZADA NA CURA DAS BARRAS DE ARGAMASSA	61
FIGURA 3.5 - BANHO DE ÁGUA DESTILADA A 80 °C, UTILIZADO NA CURA INICIAL DAS BARRAS DE ARGAMASSA DURANTE AS PRIMEIRAS 24 HORAS DE ENSAIO	61
FIGURA 3.6 - DETALHE DOS CP'S DE ARGAMASSA IMERSOS VERTICALMENTE NA SOLUÇÃO DE NAOH 1 N A 80°C	61
FIGURA 3.7 - BANHO TÉRMICO DE SOLUÇÃO DE NAOH 1 N A 80°C UTILIZADO DURANTE 28 DIAS DE ENSAIO	61
FIGURA 3.8 - RELÓGIO COMPARADOR UTILIZADO NO MOMENTO DA LEITURA DE EXPANSÃO DE UMA DAS BARRAS DE ARGAMASSA ENSAIADAS.....	62
FIGURA 3.9 - DETALHE DO NANO- Fe_3O_4 SOBRE O CIMENTO, ANTES DA HOMOGENEIZAÇÃO	66
FIGURA 3.10 - DOSAGEM DO CONCRETO EM BETONEIRA.....	66

FIGURA 3.11 - MÉTODO DE ENSAIO DE ABATIMENTO DO TRONCO DE CONE (SLUMP TEST)	66
FIGURA 3.12 - PRISMAS LOGO APÓS A DOSAGEM, PROTEGIDOS COM FILME PLÁSTICO	66
FIGURA 3.13 - LEITURA DA EXPANSÃO DE UM DOS PRISMAS COM AUXÍLIO DO RELÓGIO COMPARADOR (A) E UM DOS PRISMAS ENSAIADOS (B)	67
FIGURA 3.14 - DETALHES DO PREPARO DO RECIPIENTE PARA ACONDICIONAMENTO DOS PRISMAS (A) E PREENCHIMENTO DO FUNDO DO BALDE COM A CAMADA DE ÁGUA (B)	67
FIGURA 3.15 - PRISMAS DE CONCRETO ACONDICIONADOS VERTICALMENTE DENTRO DO RECIPIENTE PREPARADO PARA O ENSAIO	68
FIGURA 3.16 - ESTUFA VENTILADA UTILIZADA NO ENSAIO, PARA MANUTENÇÃO DOS 38 °C	68
FIGURA 3.17 - PRISMAS SEPARADOS PARA ENVELHECIMENTO EM CONDIÇÕES AMBIENTE (UM DE CADA DOSAGEM)	69
FIGURA 3.18 - PROCESSO DE PESAGEM DE UM DOS PRISMAS DE CONCRETO	69
FIGURA 4.1 - MICROGRAFIA OBTIDA NA ANÁLISE PETROGRÁFICA DO AGREGADO	74
FIGURA 4.2 - DIFRATOGRAMA OBTIDO NA CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA QUALITATIVA DO AGREGADO, POR XRD. IDENTIFICAÇÃO DOS PICOS: P – PLAGIOCLÁSIO; A – AUGITA	74
FIGURA 4.3 - DIFRATOGRAMA OBTIDO PARA O NANO-Fe ₃ O ₄ COMERCIAL UTILIZADO COMO ADIÇÃO PARA ARGAMASSA E CONCRETO, CARACTERIZADO COMO MAGNETITA, M	76
FIGURA 4.4 - MICROGRAFIA OBTIDA PARA AS NANOPARTÍCULAS DE MAGNETITA	76

FIGURA 4.5 - EXPANSÕES INDIVIDUAIS E MÉDIA PARA O ENSAIO DA DOSAGEM DA1 (DOSAGEM REFERÊNCIA). DESTAQUE PARA A EXPANSÃO OBTIDA AOS 16 DIAS DE ENSAIO.....	77
FIGURA 4.6 - EXPANSÕES INDIVIDUAIS E MÉDIA PARA O ENSAIO DA DOSAGEM DA2 (DOSAGEM COM 1% DE NANO-Fe ₃ O ₄). DESTAQUE PARA A EXPANSÃO OBTIDA AOS 16 DIAS DE ENSAIO	78
FIGURA 4.7 - EXPANSÕES INDIVIDUAIS E MÉDIA PARA O ENSAIO DA DOSAGEM DA3 (DOSAGEM COM 2% DE NANO-Fe ₃ O ₄). DESTAQUE PARA A EXPANSÃO OBTIDA AOS 16 DIAS DE ENSAIO	79
FIGURA 4.8 - EXPANSÕES INDIVIDUAIS E MÉDIA PARA O ENSAIO DA DOSAGEM DA4 (DOSAGEM COM 5% DE NANO-Fe ₃ O ₄). DESTAQUE PARA A EXPANSÃO OBTIDA AOS 16 DIAS DE ENSAIO	79
FIGURA 4.9 - UMA DAS BARRAS DE ARGAMASSA ENSAIADA CONFORME A NBR 15577-5 (ABNT, 2008). EM (A), O ENVERGAMENTO DESTA BARRA DEVIDO À QUANTIDADE DE GEL FORMADO NO INTERIOR DESTES CORPO-DE-PROVA; E EM (B), A FISSURA LONGITUDINAL PROVOCADA PELA MANIFESTAÇÃO DA RAA NESTA MESMA BARRA DE ARGAMASSA	80
FIGURA 4.10 - EXPANSÕES MÉDIAS OBTIDAS NOS ENSAIOS DE VERIFICAÇÃO DA REATIVIDADE POTENCIAL PELO MÉTODO DE ENVELHECIMENTO ACELERADO, PARA TODAS AS DOSAGENS (DA1 A DA4)	81
FIGURA 4.11 - ANÁLISE DO COMPORTAMENTO DAS EXPANSÕES E DA VARIAÇÃO DE MASSA PARA AS BARRAS DE ARGAMASSA DAS DOSAGENS DA5 E DA6, QUANDO SUBMETIDAS AO ENSAIO DE ENVELHECIMENTO ACELERADO.....	82

FIGURA 4.12 - EXPANSÕES INDIVIDUAIS E MÉDIA PARA O ENSAIO DA DOSAGEM DC1 (REFERÊNCIA – AGREGADO GRAÚDO REATIVO + AREIA PADRÃO DO IPT) – PRISMAS DE CONCRETO.....	83
FIGURA 4.13 - EXPANSÕES INDIVIDUAIS E MÉDIA PARA O ENSAIO DA DOSAGEM DC2 (AGREGADO GRAÚDO REATIVO + AREIA PADRÃO DO IPT + 1% DE NANO-Fe ₃ O ₄) – PRISMAS DE CONCRETO.....	84
FIGURA 4.14 - EXPANSÕES INDIVIDUAIS E MÉDIA PARA O ENSAIO DA DOSAGEM DC3 (REFERÊNCIA – AGREGADO GRAÚDO E MIÚDO REATIVOS) – PRISMAS DE CONCRETO	84
FIGURA 4.15 - EXPANSÕES INDIVIDUAIS E MÉDIA PARA O ENSAIO DA DOSAGEM DC4 (AGREGADO GRAÚDO E MIÚDO REATIVOS + 1% DE NANO-Fe ₃ O ₄) – PRISMAS DE CONCRETO	85
FIGURA 4.16 - EXPANSÕES MÉDIAS OBTIDAS NOS ENSAIOS DE VERIFICAÇÃO DA REATIVIDADE POTENCIAL PELO MÉTODO DE ENVELHECIMENTO EM LONGO PRAZO, PARA TODAS AS DOSAGENS (DC1 A DC4).....	86
FIGURA 4.17 - VARIAÇÃO MÁSSICA INDIVIDUAL DOS CP'S DO ENSAIO DC1 (REFERÊNCIA – AGREGADO GRAÚDO REATIVO + AREIA DO IPT) – PRISMAS DE CONCRETO.....	87
FIGURA 4.18 - VARIAÇÃO MÁSSICA INDIVIDUAL DOS CP'S DO ENSAIO DC2 (AGREGADO GRAÚDO REATIVO + AREIA DO IPT + 1% DE NANO-Fe ₃ O ₄) – PRISMAS DE CONCRETO.....	87
FIGURA 4.19 - VARIAÇÃO MÁSSICA INDIVIDUAL DOS CP'S DO ENSAIO DC3 (REFERÊNCIA – AGREGADO GRAÚDO E MIÚDO REATIVOS) – PRISMAS DE CONCRETO.....	88
FIGURA 4.20 - VARIAÇÃO MÁSSICA INDIVIDUAL DOS CP'S DO ENSAIO DC4 (AGREGADO GRAÚDO E MIÚDO REATIVOS + 1% DE NANO-Fe ₃ O ₄) – PRISMAS DE CONCRETO.....	88
FIGURA 4.21 - ANÁLISE DO COMPORTAMENTO PERCENTUAL DAS EXPANSÕES E DA VARIAÇÃO DE MASSA PARA OS PRISMAS DE	

CONCRETO DAS DOSAGENS DC1 A DC4, QUANDO SUBMETIDOS AO ENSAIO DE ENVELHECIMENTO EM LONGO PRAZO.....	89
FIGURA 4.22 - MICROGRAFIAS, POR SEM, OBTIDAS DA AMOSTRA DE CONCRETO DC1, APÓS 365 DIAS DE ENVELHECIMENTO EM LONGO PRAZO. EM (A) COM APROXIMAÇÃO DE 450 VEZES, EM (B) 1000 VEZES, EM (C) 3000 VEZES, E EM (D), 5000 VEZES ..	91
FIGURA 4.23 - MICROGRAFIAS, POR SEM, OBTIDAS DA AMOSTRA DE CONCRETO DC2, APÓS 365 DIAS DE ENVELHECIMENTO EM LONGO PRAZO. EM (A) COM APROXIMAÇÃO DE 300 VEZES, EM (B) 1000 VEZES, EM (C) 1130 VEZES, E EM (D), 3000 VEZES ..	92
FIGURA 4.24 - MICROGRAFIAS, POR SEM, OBTIDAS DA AMOSTRA DE CONCRETO DC3, APÓS 365 DIAS DE ENVELHECIMENTO EM LONGO PRAZO. EM (A) COM APROXIMAÇÃO DE 450 VEZES, EM (B) 1300 VEZES, E EM (C), 1500 VEZES	93
FIGURA 4.25 - MICROGRAFIAS, POR SEM, OBTIDAS DA AMOSTRA DE CONCRETO DC4, APÓS 365 DIAS DE ENVELHECIMENTO EM LONGO PRAZO. EM (A) COM APROXIMAÇÃO DE 450 VEZES, EM (B) 1500 VEZES, EM (C) 3500 VEZES, E EM (D), 4000 VEZES ..	94
FIGURA 4.26 - ESPECTRO DE EDS CARACTERÍSTICO DE UM PRODUTO POTENCIALMENTE EXPANSIVO GERADO NA RAA – REFERENTE À FIGURA 4.23(B).....	95
FIGURA 4.27 - ESPECTRO DE EDS CARACTERÍSTICO DE UM CRISTAL DE PORTLANDITA – REFERENTE À FIGURA 4.22(C).....	97
FIGURA 4.28 - ESPECTRO DE EDS CARACTERÍSTICO DE UM CRISTAL DE ETRINGITA – REFERENTE À FIGURA 4.22(D).....	97
FIGURA 4.29 - ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA DOS TESTEMUNHOS DE CONCRETO DAS DOSAGENS DC1 E DC2, REALIZADA APÓS 365 DIAS DE ENSAIO DE ENVELHECIMENTO EM LONGO PRAZO.	98

FIGURA 4.30 - ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA DOS TESTEMUNHOS DE CONCRETO DAS DOSAGENS DC3 E DC4, REALIZADA APÓS 365 DIAS DE ENSAIO DE ENVELHECIMENTO EM LONGO PRAZO.	98
FIGURA 4.31 - ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA DOS TESTEMUNHOS DE CONCRETO DAS DOSAGENS DE REFERÊNCIA DC1 E DC3, REALIZADA APÓS 365 DIAS DE ENSAIO DE ENVELHECIMENTO EM LONGO PRAZO	100
FIGURA 4.32 - RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO AXIAL MÉDIA DOS CONCRETOS COM E SEM NANO-Fe ₃ O ₄ . ENSAIOS REALIZADOS APÓS CURA ÚMIDA, PARA AS IDADES DE 7, 28, 90,180 E 365 DIAS. BARRAS DE ERRO INSERIDAS PARA CADA PONTO, EM RELAÇÃO AO DESVIO PADRÃO OBTIDO PARA OS RESULTADOS DOS DIFERENTES CP'S ANALISADOS (2 CP'S POR IDADE)	102
FIGURA 4.33 - RESISTÊNCIA À TRAÇÃO POR COMPRESSÃO DIAMETRAL MÉDIA, DOS CONCRETOS COM E SEM NANO-Fe ₃ O ₄ . ENSAIOS REALIZADOS APÓS CURA ÚMIDA, PARA AS IDADES DE 7, 28, 90,180 E 365 DIAS. BARRAS DE ERRO INSERIDAS PARA CADA PONTO, EM RELAÇÃO AO DESVIO PADRÃO OBTIDO PARA OS RESULTADOS DOS DIFERENTES CP'S ANALISADOS (2 CP'S POR IDADE)	102
FIGURA 4.34 - MÓDULO DE ELASTICIDADE MÉDIO, DOS CONCRETOS COM E SEM NANO-Fe ₃ O ₄ . ENSAIOS REALIZADOS APÓS CURA ÚMIDA, PARA AS IDADES DE 7, 28, 90,180 E 365 DIAS. BARRAS DE ERRO INSERIDAS PARA CADA PONTO, EM RELAÇÃO AO DESVIO PADRÃO OBTIDO PARA OS RESULTADOS DOS DIFERENTES CP'S ANALISADOS (2 CP'S POR IDADE).....	103
FIGURA 4.35 - ABSORÇÃO DE ÁGUA MÉDIA APÓS SATURAÇÃO E FERVURA, DOS CONCRETOS COM E SEM NANO-Fe ₃ O ₄ . ENSAIOS REALIZADOS APÓS CURA ÚMIDA, PARA AS IDADES DE 28, 90,180 E 365 DIAS. BARRAS DE ERRO INSERIDAS PARA CADA	

PONTO, EM RELAÇÃO AO DESVIO PADRÃO OBTIDO PARA OS RESULTADOS DOS DIFERENTES CP'S ANALISADOS (2 CP'S POR IDADE)	103
FIGURA 4.36 - ÍNDICE DE VAZIOS MÉDIO APÓS SATURAÇÃO E FERVURA, DO CONCRETO COM E SEM NANO-Fe ₃ O ₄ . ENSAIOS REALIZADOS APÓS CURA ÚMIDA, PARA AS IDADES DE 28, 90, 180 E 365 DIAS	104

LISTA DE TABELAS

TABELA 2.1 - RESUMO DOS CASOS DE OBRAS HIDRÁULICAS QUE SE ENCONTRAM AFETADAS PELA RAA NO BRASIL	35
TABELA 2.2 - MINERAIS E ROCHAS SUSCETÍVEIS À REAÇÃO ÁLCALI AGREGADO.	40
TABELA 3.1 - METODOLOGIAS NORMATIVAS ADOTADAS PARA A CARACTERIZAÇÃO DO CIMENTO CP II-F 32.....	56
TABELA 3.2 - PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DO CIMENTO CP II-F 32, CONFORME DISPONIBILIZADO PELO FABRICANTE	56
TABELA 3.3 - METODOLOGIAS NORMATIVAS ADOTADAS PARA CARACTERIZAÇÃO DO AGREGADO DE ESTUDO	58
TABELA 3.4 - PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DO ÓXIDO DE NANO-Fe ₃ O ₄ COMERCIAL UTILIZADO COMO ADIÇÃO PARA ARGAMASSA E CONCRETO, CONFORME DISPONIBILIZADO PELO FABRICANTE	58
TABELA 3.5 - IDENTIFICAÇÃO DAS ARGAMASSAS MOLDADAS COM NANO-Fe ₃ O ₄ – BARRAS DE ARGAMASSA	63
TABELA 3.6 - PROPORÇÕES DOS MATERIAIS PARA A CONFECÇÃO DE 4 PRISMAS DE CONCRETO, DE CADA DOSAGEM	65
TABELA 3.7 - MEDIDA DO ABATIMENTO PARA CADA UMA DAS DOSAGENS, E CONDIÇÕES AMBIENTAIS DA SALA NO MOMENTO DAS MOLDAGENS	65
TABELA 3.8 - DADOS DAS MISTURAS REALIZADAS EM CADA UMA DAS DOSAGENS – CONCRETOS PARA ENSAIOS FÍSICOS E MECÂNICOS	70
TABELA 3.9 - CONSUMO DE MATERIAIS UTILIZADOS E PROPRIEDADES VERIFICADAS NAS DOSAGENS – CONCRETOS PARA ENSAIOS FÍSICOS E MECÂNICOS.....	70
TABELA 4.1 - RESULTADOS DOS ENSAIOS FÍSICOS DE CARACTERIZAÇÃO DO AGREGADO – ENSAIOS NORMATIZADOS	73

TABELA 4.2 - RESULTADOS DA CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DO AGREGADO, POR XRF	73
TABELA 4.3 - RESULTADOS DA DETERMINAÇÃO DA ÁREA SUPERFICIAL ESPECÍFICA, DA NANO-MAGNETITA, PELO MÉTODO BET ...	75
TABELA 4.4 - PERDA DE MASSA VERIFICADA PARA AS DIFERENTES DOSAGENS, IDENTIFICADOS PELA ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA DOS CONCRETOS DC1 A DC4.....	99

LISTA DE SÍMBOLOS E SIGLAS

ABNT	Associação brasileira de normas técnicas
a/c	Relação água/ cimento
ACI	American Concrete Institute
Al_2O_3	Óxido de alumínio
BET	Técnica de determinação da área superficial pela equação de Brunauer, Emmet e Teller
C_2S	Belita; Silicato bicálcico
C_3A	Aluminato de cálcio
C_3S	Alita; Silicato tricálcico
C_4AF	Ferro aluminato de cálcio
CaO	Óxido de cálcio
$\text{Ca}(\text{OH})_2$	Hidróxido de Cálcio (Portlandita)
CP('s)	Corpo(s) de prova
CP II-F 32	Cimento Portland tipo II, composto com Fíller, preparado para resistência mecânica de 32 MPa aos 28 dias.
C-S-H	Silicato de cálcio hidratado
DA1	Dosagem com o agregado reativo + 100 % do cimento CP II-F 32 – dosagem de referência – Ensaio convencional em barras de argamassa
DA2	Dosagem com o agregado reativo + 99% do cimento CP II-F 32 + 1% de nano- Fe_3O_4 – Ensaio convencional em barras de argamassa
DA3	Dosagem com o agregado reativo + 98% do cimento CP II-F 32 + 2% de nano- Fe_3O_4 – Ensaio convencional em barras de argamassa
DA4	Dosagem com o agregado reativo + 95% do cimento CP II-F 32 + 5% de nano- Fe_3O_4 – Ensaio convencional em barras de argamassa
DA5	Dosagem com o agregado reativo + 100% do cimento CP II-F - dosagem de referência – Ensaio convencional + controle de massa, em barras de argamassa

DA6	Dosagem com o agregado reativo + 95% do cimento CP II-F 32 + 5% de nano-Fe ₃ O ₄ – Ensaio convencional + controle de massa, em barras de argamassa
DC1	Dosagem com o agregado graúdo reativo + agregado miúdo do IPT + cimento CP II-F 32 – Prismas de concreto
DC2	Dosagem com o agregado graúdo reativo + agregado miúdo do IPT + 99% cimento CP II-F 32 + 1% de nano-Fe ₃ O ₄ – Prismas de concreto
DC3	Dosagem com o agregado graúdo reativo + agregado miúdo reativo + cimento CP II-F 32 – Prismas de concreto
DC4	Dosagem com o agregado graúdo reativo + agregado miúdo reativo + 99% cimento CP II-F 32 + 1% de nano-Fe ₃ O ₄ – Prismas de concreto
DC5	Dosagem com o agregado reativo + cimento CP II-F 32 – CP's de (100 x 200) mm
DC6	Dosagem com o agregado reativo + cimento CP II-F 32 + 1% de nano-Fe ₃ O ₄ – CP's de (100 x 200) mm
EDS	Composição química elementar obtida por espectroscopia de energia dispersiva
ICDD	International Centre for Diffraction Data
IPT	Instituto de Pesquisas Tecnológicas
MgO	Óxido de magnésio
Nano-Fe ₃ O ₄	Magnetita em escala nanométrica
NaOH	Hidróxido de sódio
NBR	Norma brasileira
OH ⁻	Íons hidroxila
pH	Potencial hidrogeniônico
RAA	Reação álcali-agregado
RAC	Reação álcali-carbonato
RAS	Reação álcali-silica
SEM	Microscopia eletrônica de varredura
Si-OH	Grupo Silanol

SiO ₂	Dióxido de silício
SSS	Saturada com superfície seca
TGA	Análise termogravimétrica
XRD	Difração de raios X
XRF	Fluorescência de raios X

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	24
1.1 ESTRUTURA DO TRABALHO	26
1.2 JUSTIFICATIVA E OBJETIVOS	26
1.2.1 Motivação e contribuição científica	26
1.2.2 Objetivo geral	27
1.2.3 Objetivos específicos	28
1.2.4 Viabilidade e contribuição à área de pesquisa	29
1.3 PUBLICAÇÕES RESULTANTES	30
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	32
2.1 REAÇÃO ÁLCALI-AGREGADO	32
2.1.1 Fundamentação da RAA	32
2.1.2 Histórico das manifestações da RAA em estruturas de concreto	33
2.2 FATORES QUE INFLUENCIAM A RAA	37
2.2.1 O cimento e o teor de álcalis	37
2.2.2 Agregados	38
2.2.3 Umidade e temperatura	40
2.2.4 Tensão de confinamento e porosidade	41
2.3 TIPOS DE REAÇÃO ÁLCALI-AGREGADO	42
2.3.1 Reação álcali-sílica, RAS	42
2.3.1.1 Reação álcali-silicato	44
2.3.2 Reação álcali-carbonato, RAC	45
2.4 MÉTODOS PARA IDENTIFICAR A RAA	46
2.5 MÉTODOS DE MITIGAÇÃO DA RAA	48
2.6 UTILIZAÇÃO DE MATERIAIS NANOMÉTRICOS EM CONCRETO	51
3 MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS	54

3.1	CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS	55
3.1.1	Cimento Portland.....	55
3.1.2	Agregados.....	57
3.1.3	Óxido nanométrico – Nano-magnetita.....	58
3.2	ARGAMASSAS - ENSAIO ACELERADO PARA ESTUDO DA EXPANSÃO.....	59
3.3	ENSAIOS NOS CONCRETOS.....	63
3.3.1	Ensaio de envelhecimento em longo prazo para estudo da expansão - Método dos prismas de concreto, modificado	63
3.3.2	Dosagem dos concretos de referência, e com 1% de nano-magnetita – Avaliação das propriedades físicas e mecânicas	69
3.3.2.1	Caracterização dos concretos.....	70
3.4	ANÁLISE DA MATRIZ CIMENTÍCIA DOS CONCRETOS DE CIMENTO PORTLAND APÓS O ENSAIO DE ENVELHECIMENTO EM LONGO PRAZO.....	71
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	73
4.1	CARACTERIZAÇÃO DOS AGREGADOS.....	73
4.2	CARACTERIZAÇÃO DA NANO-MAGNETITA.....	75
4.3	ENSAIO DE ENVELHECIMENTO ACELERADO EM BARRAS DE ARGAMASSA – DETERMINAÇÃO DAS EXPANSÕES E DA VARIAÇÃO DE MASSA	77
4.4	ENSAIOS NOS CONCRETOS.....	83
4.4.1	Ensaio de envelhecimento em longo prazo – Determinação das expansões e da variação de massa em prismas de concreto	83
4.4.2	Análise da microestrutura dos concretos ensaiados	89
4.4.3	Propriedades mecânicas e físicas dos concretos de referência, e com 1% de nano-magnetita	101
5	CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	108
6	CONCLUSÕES.....	111

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	113
REFERÊNCIAS	114
APÊNDICES.....	122

1 INTRODUÇÃO

Por se tratar de um material de construção largamente utilizado em todo o mundo, o concreto está sujeito a alterações distintas, de acordo com o ambiente em que está inserido e com seus materiais constituintes. Com o progresso industrial, houve o aumento da poluição urbana e as edificações passaram a ficar expostas a ambientes desfavoráveis; assim, com o passar do tempo, muitas construções começaram a apresentar processos de degradação, com a ocorrência de problemas relacionados à qualidade e à durabilidade, caracterizados pelo envelhecimento precoce dos materiais e sistemas construtivos. Esses problemas afetam a estética, a segurança, a utilização e o tempo de vida útil das construções. (POSSAN e DEMOLINER, 2013).

A reação álcali-agregado, RAA, é um dos processos de deterioração que interferem na durabilidade do concreto. Este tipo de reação deletéria é comumente identificada em estruturas de concreto em contato com a água, tais como: barragens, pontes e fundações. Resumidamente, pode-se definir a RAA como uma reação química, onde alguns constituintes do agregado reagem com os hidróxidos alcalinos que estão dissolvidos nas soluções dos poros do concreto (solução originada pela água empregada na mistura dos materiais cimentícios, associada à dissolução e hidratação do cimento, contendo em sua maioria íons de caráter alcalino). O produto gerado nessa reação é um gel cristalino alcalino, que na presença de umidade irá expandir-se. Se este gel que estiver confinado pela pasta de cimento aumentar de volume, haverá a introdução de tensões internas que eventualmente causarão fissuras no concreto e afetarão algumas das suas propriedades mecânicas. (TAYLOR, 1990 citado por SILVEIRA, 2006).

Por trazer tantos riscos às obras civis, e não havendo um método eficiente na solução desse problema, quando instalada, a melhor solução técnico/econômica para se combater a RAA é a prevenção. (BAPTISTA, HÖEHR, DAL MOLIN, 2013). Hasparyk (1999) mencionou que o ideal seria utilizar cimentos com baixo teor de álcalis, empregar agregados inertes, ou evitar a difusão de umidade. No entanto, uma vez que nem sempre são possíveis tais soluções, pode-se fazer o emprego de adições ativas tais que mitiguem a RAA. O uso de uma variedade de materiais,

como por exemplo, a cinza volante, a sílica ativa, e a cinza de casca de arroz, têm sido relatados por pesquisadores (AZEVEDO, 2002 e HASPARYK,1999), demonstrando, dessa forma, o seu potencial para a redução da expansão provocada pela RAA.

Estudos promovidos por Sanchez e Sobolev (2010), demonstraram que os avanços obtidos no estudo de compostos em escala nanométrica, podem possibilitar o desenvolvimento de concretos quimicamente mais resistentes, e auxiliar no tratamento de estruturas susceptíveis ou em fase inicial de degradação. Partindo disso, Bragança (2014) estudou uma variedade de óxidos cerâmicos em escala nanométrica, e dentre os nanomateriais estudados, destacou-se o nano- Fe_3O_4 (nano-magnetita), que conferiu uma melhora na estabilidade eletroquímica em meios contendo íons cloreto e sulfato, devido a alteração das propriedades microestruturais da pasta de cimento. Por esse motivo, foi proposta a investigação da adição de nano-magnetita frente à deterioração pela reação álcali-agregado; contudo, para que este material pudesse ser integrado à prática, foi necessário estabelecer critérios tecnicamente confiáveis e economicamente viáveis para a sua utilização. Isto requereu, em primeiro lugar, o conhecimento das características físicas e químicas da nano-magnetita, e, em um segundo momento, a avaliação do seu comportamento quando submetido às condições do método de ensaio utilizado no estudo.

Procurou-se, deste modo, proceder a uma investigação da deterioração de concretos devido à RAA em função da utilização do nano- Fe_3O_4 , em substituição parcial do cimento Portland. De forma geral, o aspecto investigativo desta pesquisa compreendeu a utilização dos métodos acelerados de deterioração química de barras de argamassa e prismas de concreto, conforme as premissas das NBR's 15577-5 e 15577-6 (ABNT 2008). Associados à análise da variação volumétrica, também foram realizados estudos relacionando o controle das massas dos corpos de prova (CP's) ensaiados e, por fim, a caracterização físico-química e microestrutural, detalhada dos materiais conformados.

1.1 ESTRUTURA DO TRABALHO

O documento foi dividido em seis capítulos, sendo o primeiro uma introdução, no qual foram brevemente descritas as principais temáticas da pesquisa, os objetivos e a motivação do estudo.

No segundo capítulo está apresentado o estado da arte sobre os principais temas que cercam a pesquisa, dentre os quais: a fundamentação da RAA; um breve histórico das manifestações desta, em estruturas de concreto; os fatores que influenciam a reação; os tipos de reação álcali-agregado, os métodos que existem para identificar a RAA, os métodos utilizados para mitigar este tipo de manifestação patológica, e o uso de nanomateriais no concreto.

No terceiro capítulo, estão descritos os ensaios e as metodologias aplicados e desenvolvidos ao longo da pesquisa, sendo os normatizados apenas citados no texto de forma geral, estando complementado, apenas, quando houve alterações necessárias à sua reprodutibilidade científica.

A discussão e os resultados obtidos nesta pesquisa estão relacionados e discutidos de forma individual, no quarto capítulo.

No quinto capítulo, estão apresentadas as conclusões relacionadas às metodologias aplicadas e aos resultados obtidos no estudo da influência da incorporação de nano-magnetita na reatividade de agregados em argamassas e concretos de cimento Portland.

Por fim, no sexto e último capítulo, estão descritas as sugestões para trabalhos futuros.

1.2 JUSTIFICATIVA E OBJETIVOS

1.2.1 Motivação e contribuição científica

O interesse do meio técnico-científico pela RAA tornou imperativa a necessidade de mais estudos sobre o tema, haja vista que diversas estruturas se encontram atualmente afetadas pela mesma. Considerado, por analogia às

patologias que acercam os seres vivos, em geral, como o câncer do concreto (SWAMY e ASALY, 1988), a RAA possui um comportamento químico ainda pouco conhecido, devido à complexidade dos mecanismos físico-químicos da reação e à diversidade na composição química do gel resultante. (MIZUMOTO, 2009).

A abordagem utilizada nesta pesquisa foi baseada na possibilidade da substituição parcial do cimento Portland pela nano-magnetita, em argamassas e concretos submetidos à RAA. Esta hipótese foi estabelecida a partir de observações feitas por Shekari e Razzaghi (2011), Birgisson et al. (2012), Amin et al. (2013), e Bragança et al. (2016). Shekari e Razzaghi (2011), Birgisson et al. (2012) e Amin et al. (2013), verificaram melhoras nas propriedades físicas, mecânicas e microestruturais, em concretos em que foram utilizadas nano-adições, enquanto Bragança et al. (2016) observaram melhora das propriedades físico-químicas e microestruturais do concreto dosado utilizando o nano- Fe_3O_4 . O uso dessa nano-adição possibilitou o desenvolvimento de um material de maior durabilidade, pois o elemento ferro, disponível na pasta devido à adição de nano magnetita, pôde substituir o alumínio na formação da etringita, levando a formação da Fe-etringita, dos quais é capaz de se acumular nos poros e vazios, proporcionando a obtenção de uma matriz cimentícia de microestrutura compacta e, conseqüentemente, de maior durabilidade mesmo diante da utilização em situações de elevada agressividade ambiental.

Dessa forma, a exigência de um melhor desempenho, tem demandado o estabelecimento de soluções que incluem a obtenção de concretos cada vez mais resistentes e duráveis. Assim, de modo a propiciar a continuidade do estudo desenvolvido por Bragança e colaboradores (2016), foi proposta a caracterização dos concretos contendo adições de nano-magnetita frente à deterioração pela RAA, incluindo diferentes técnicas analíticas.

1.2.2 Objetivo geral

Estudar a adição da nano-magnetita em teores de 1 a 5% em substituição parcial ao cimento, na moldagem de barras de argamassa e prismas de concreto

contendo agregados potencialmente reativos, a fim de avaliar a influência deste nanomaterial em meio cimentício e verificar a possibilidade de mitigação da expansão dos CP's devido à RAA.

1.2.3 Objetivos específicos

Dentro deste objetivo geral, foram estabelecidos os seguintes objetivos específicos:

- caracterizar os materiais que foram utilizados no estudo: o cimento CP II-F 32 (Cimento Portland composto com filler), os agregados (brita 25,0/50,0 mm), e o nano- Fe_3O_4 ; por meio de ensaios físicos e químicos normativos, além de procedimentos laboratoriais. Esta etapa inicial foi realizada a fim de que fossem conhecidas as especificidades de cada um dos compostos base do estudo;
- determinar a suscetibilidade de barras de argamassa e dos prismas de concreto com e sem adições de nano-magnetita (em substituição à massa de cimento), em mitigar a RAA nos CP's elaborados com agregados potencialmente reativos, por meio dos ensaios de envelhecimento acelerado, e em longo prazo;
- utilizar uma metodologia de investigação adicional da manifestação da RAA em CP's de argamassa e concreto por meio do monitoramento periódico da variação mássica experimentada por estas amostras quando submetidas aos ensaios de avaliação da reatividade potencial conforme as NBR's 15577-5 e 15577-6 (ABNT 2008);
- avaliar as modificações obtidas nos concretos envelhecidos em laboratório, frente à caracterização do material pela análise termogravimétrica (ATD/TG) e pela microscopia eletrônica de varredura com microsonda analítica por energia dispersiva (SEM-EDS); de modo a investigar a influência das adições quanto à microestrutura dos prismas;
- e, testar as propriedades físicas e mecânicas de concretos com adição

de nano- Fe_3O_4 em substituição à massa total de cimento Portland, por meio da avaliação da absorção de água, do índice de vazios, da determinação da resistência à compressão axial, do módulo de elasticidade e da resistência à tração por compressão diametral, quando comparados com um concreto sem a adição. A finalidade deste estudo foi verificar se haveriam contribuições ou danos nas propriedades dos concretos dosados, devido à incorporação deste óxido nanométrico.

1.2.4 Viabilidade e contribuição à área de pesquisa

Na execução de estruturas de concreto é imprescindível a realização do controle tecnológico dos materiais nas obras civis e também no laboratório, de modo que sejam identificados possíveis problemas que podem, em um futuro próximo, reduzir a vida útil de projeto, pela possibilidade de ocorrência de colapsos e/ou de manifestações patológicas precoces.

O uso de adições, como por exemplo, a sílica ativa, o metacaulim e a cinza de casca de arroz em concretos suscetíveis à reação álcali-agregado, têm sido apontados como uma alternativa eficiente para prevenir a reação expansiva. (CARLES-GIBERGUES et al. 2008 e SILVEIRA, 2007). Dessa forma, a mitigação dos efeitos nocivos por reações dos compostos de hidratação do cimento com alguns minerais constituintes dos agregados em estruturas civis de grande porte, reduzem a necessidade de manutenção e intervenção, além de estender seu tempo de vida útil. Quando comparado ao investimento inicial realizado na construção de estruturas de grande porte, o uso de técnicas de reparo e de prevenção de efeitos deletérios podem apresentar viabilidade econômica e ambiental.

A viabilidade e a contribuição científica da pesquisa foram fundamentadas em dois aspectos: o acompanhamento dos mecanismos da RAA em argamassas e concretos de cimento Portland, capazes de influenciar na durabilidade de estruturas civis, com estudo laboratorial; e no desenvolvimento de uma técnica baseada na incorporação de Fe_3O_4 em escala nanométrica em concretos, para a obtenção de

materiais de maior resistência química. Apesar deste tipo de manifestação deletéria ser conhecida desde meados de 1940 (SILVA, 2007), ainda existem dificuldades de se compreender com detalhes os mecanismos envolvidos, e controlar a ação desta reação quando a mesma já está instalada, pois, uma vez iniciada, ainda não existe uma metodologia eficiente de interromper a evolução da RAA nas estruturas afetadas. Devido a este fato, procurou-se com este trabalho, contribuir para um melhor entendimento deste tipo de manifestação patológica, uma vez que ainda há escassez de estudos mais aplicados nesta área; e apresentar um novo tipo de adição capaz de mitigar a RAA e colaborar com o aumento da durabilidade e da vida útil do concreto quando aplicado, principalmente, em pontes e barragens uma vez que nestes casos ficam em contato direto com a água, evitando problemas futuros decorrentes das expansões devido à RAA.

1.3 PUBLICAÇÕES RESULTANTES

GOBI, C. M.; PORTELLA, K. F.; BRAGANÇA, M. O. G. P.; ALBERTI, E. L.; SILVA, E. M. *Estudo da variação mássica de corpos-de-prova de concreto e argamassa de cimento Portland submetidos à reação álcali-agregado (RAA)*. Artigo completo aceito para apresentação oral em sessão Plenária no 58º Congresso Brasileiro do Concreto - IBRACON. Belo Horizonte - MG - Brasil, 11 de outubro a 14 de outubro de 2016.

BRAGANÇA, M.O.G.P.; PORTELLA, K. F.; GOBI, C. M.; SILVA, E. M.; ALBERTI, E. *The Use of 1% Nano-Fe₃O₄ and 1% Nano-TiO₂ as Partial Replacement of Cement to Enhance the Chemical Performance of Reinforced Concrete Structures*. Artigo completo, submetido à publicação Athens Journal of Technology and Engineering em janeiro de 2017.

BRAGANÇA, M. O. G. P.; ANDRECZEVECZ, N.C; RIBEIRO, B.E.; GOBI, C.M.; PORTELLA, K. F., De OLIVEIRA, I.C. *Avaliação eletroquímica, dimensional e microestrutural de concretos de cimento portland sujeitos ao ataque interno combinado, por sulfatos e RAA*. Resumo estendido aceito para apresentação no 59º

Congresso Brasileiro do Concreto - IBRACON. Bento Gonçalves - RS - Brasil, 31 de outubro a 3 de novembro de 2017

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo, está apresentada uma revisão da literatura acerca da RAA, destacando os principais aspectos relacionados ao tema em estudo; e o uso de adições minerais nanométricas no concreto, a fim de que estes desempenhem a função de mitigar as reações entre os álcalis do cimento e os agregados reativos.

O concreto pode estar sujeito a diferentes tipos de deterioração, sendo que os processos envolvidos podem ser subdivididos em químicos, mecânicos, eletroquímicos e biológicos. A RAA é um processo químico de deterioração que pode ocorrer no interior dos poros e vazios, afetando o seu desempenho mecânico e sua durabilidade.

2.1 REAÇÃO ÁLCALI-AGREGADO

2.1.1 Fundamentação da RAA

O concreto é considerado um dos materiais mais utilizados no mundo, tanto pela facilidade da preparação e manuseio, como pelo baixo custo comparado a outros materiais de construção, como por exemplo, o aço. No entanto, vários são os processos de deterioração deste material, provenientes de causas físicas e químicas. Dentre esses, destacam-se a corrosão das armaduras, a ação gelo-degelo, o ataque por sulfatos e a RAA. (BICZÓK, 1972; TAYLOR, 1990 citado por SILVEIRA, 2006 e SABBAG, 2003). Este fenômeno consiste em reações químicas entre alguns minerais constituintes dos agregados utilizados no concreto e os hidróxidos que estão dissolvidos nas soluções de seus poros. (SANCHEZ, 2008). Assim, quanto mais desorganizada e instável é a estrutura do mineral no agregado, mais reativa será a fase. Em ordem decrescente, encontram-se os minerais com estrutura amorfa (opala e vidro), microcristalina (calcedônia), metaestável (tridimita e cristobalita) e cristalina (quartzo e feldspato deformados, e filossilicatos alterados). Se vários agregados de apenas um litotipo forem avaliados para o desencadeamento da RAA, será verificado que cada um se comporta de uma forma

em função das variações mineralógicas e texturais de cada rocha. (TUDO ENGENHARIA CIVIL, 2012). O produto formado nesta reação é um material de silicato amorfo com características de gel, cuja expansão provoca trincas na matriz e no agregado; o que conduz a uma deterioração da estrutura do concreto. (TAMBELLI et al. 2006). A reação manifesta-se no concreto por um padrão de fissuração em mapa, expansão, e consequente deslocamento dos elementos estruturais, acompanhada de desagregação de fragmentos da superfície. (SILVEIRA, 2007).

2.1.2 Histórico das manifestações da RAA em estruturas de concreto

Desde 1930 foram registradas anomalias em estruturas e elementos estruturais de concreto devido à RAA, embora por muito tempo, o meio técnico tenha considerado os agregados como materiais inertes. (SILVA, 2007).

A deterioração do concreto pela RAA foi reconhecida pela primeira vez, na Califórnia – EUA, por Thomas Stanton, quando foram constatadas inexplicáveis expansões em estruturas de diversos prédios, pontes, pavimentos, e construções portuárias. Identificando as possíveis causas do problema, Stanton concluiu que as expansões estavam relacionadas ao uso de cimento com alto teor de álcalis e que a deterioração ocorrida foi causada por uma reação álcali-sílica. Preocupado com o assunto, iniciou, em meados de 1940, uma série de pesquisas a fim de tentar entender os mecanismos envolvidos e a origem dessas fissuras. (SILVA, 2007).

Mais tarde, baseado nas pesquisas realizadas por Stanton, o “U.S. Bureau of Reclamation” conduziu uma investigação em barragens de concreto que apresentavam fissuras, levando em consideração como possíveis causas de deterioração a reação entre os álcalis do cimento e os agregados. Estas investigações colaboraram com as pesquisas de Stanton, dando maior importância ao teor de álcalis presente no cimento, à composição mineralógica dos agregados, e aos fatores ambientais que contribuíam com o desenvolvimento da RAA nas estruturas. (TUTHILL, 1982). Apesar das pesquisas que estavam sendo realizadas na área, entre meados de 1950 e 1960 o interesse pelo problema desapareceu,

voltando a ser estudado novamente somente a partir da década de 70, onde começaram a surgir com mais frequência os relatos de anomalias em estruturas de vários países. (SANCHEZ, 2008).

No Brasil, a CESP foi a primeira empresa a descobrir que suas estruturas de concreto poderiam estar com RAA, tendo tomado medidas mitigadoras para que o fenômeno deletério não se manifestasse na Usina Hidrelétrica Jupia e nas construídas na mesma época. (KUPERMAN et al. 2005). Os primeiros registros brasileiros que abordaram o assunto ocorreram em 1963, por pesquisadores do Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT), em um trabalho cujo tema mencionava ações mitigadoras a serem executadas, assim como os riscos de aparecimento de tal manifestação patológica. (PAULON, 1981). Já, nos estudos recentes, foram constatados que vários dos casos de manifestação da RAA em estruturas de concreto brasileiras estão relacionados com a utilização de agregados de origem metamórfica, que por sua vez são constituídos por quartzo altamente deformado. Dentre esses casos, podem-se mencionar as usinas hidrelétricas do complexo de Paulo Afonso (Paulo Afonso I, II, III, IV e Moxotó), construídas com granito-gnaiss e a Usina Hidrelétrica de Furnas, construída com quartzito. (HASPARYK, 2011).

Existem relatos de várias obras afetadas pela RAA no Brasil, destacando-se principalmente obras hidráulicas e pontes. Na (TABELA 2.1), estão apresentados alguns casos de obras hidráulicas afetadas pela RAA, conforme levantamento realizado por Hasparyk (2011).

TABELA 2.1 - RESUMO DOS CASOS DE OBRAS HIDRÁULICAS QUE SE ENCONTRAM AFETADAS PELA RAA NO BRASIL

continua

Obra	UF	Propriedade	Início Constr.	Fim Constr./Início de Operação	Indício e/ou evidências de RAA	Tipo de agregado
UHE Jurupará	SP	CBA	Nd	1947	Divulgação com diagnóstico: 1997	Gnaiss, biotita granito
Barragem de Peti	MG	CEMIG	1942	1945	1964	Granito-gnaiss
Barragem Guanhanes – UHE Salto Grande	MG		Nd	1953	2001	Gnaiss
UHE Jagrara	SP		1966	1971	1996	Quartzito
UHE Jaguari	SP	CESP	1963	1977	Indícios: 1985/1990 Diagnóstico: 2000	Gnaiss milonitizado
UHE Apolônio Sales (Moxotó)	AL	CHESF	1971	1977	Indícios: 1980 Diagnóstico: 1984	Granito e biotita gnaiss
UHE Paulo Afonso I	BA		1949	1955	1978	Granito, biotita gnaiss e biotita granito
UHE Paulo Afonso II	BA		1955	1967	1978	Granito e anfibólio gnaiss
UHE Paulo Afonso III	BA		1967	1973	1978	Granito e biotita granito
UHE Paulo Afonso IV	BA		1972	1979	1985	Granito, biotita gnaiss, biotita granito, anfibólito e anfibólio biotita gnaiss
UHE Pedra	BA		1964	Barragem: 1968 Casa de força: 1978	1980	Granada granulito
UHE Sobradinho	BA		1973	1981	2000	Quartzito
Barragem de Tapacurá	PE	COMPESA	1969	1975	1990	Granito e gnaiss cataclados
UTE Piratininga	SP	EMAE	Nd	1962	2002	Gnaiss
Barragem de Pirapora	SP		Nd	1956	1998	Gnaiss
Barragem Reguladora Billings – Pedras	SP		Nd	1937	1992	Granito
Barragem Rio das Pedras	SP		Nd	1926	1992	Gnaiss/milonito
Usina de Rasgão	SP		Nd	1925	Nd	Granito/filito
Usina Elevatória de Pedreira	SP		Década de 1930	1937	2000	Gnaiss/milonito
Usina Elevatória de Traição	SP		Década de 1930	1940	1994	Milonito
Barragem de Joanes II	BA	EMBASA	1969	1971	1988	Gnaiss. migmatito e granulito
UHE Mascarenhas	ES	ENERGEST	1968	1974	Divulgação com diagnóstico: 2003	Nd
UHE Furnas	MG	FURNAS	1958	Barragem: 1963 Etapa 1: 1965 Etapa 2: 1974	1976	Quartzito
UHE Luiz Carlos Barreto de Cralho (antiga Usina de Estreito)	SP		1965	Etapa 1: 1969 Etapa 2: 1972	1994	Quartzito
UHE Mascarenhas de Moraes (antiga Usina de Peixoto)	MG		1953	Etapa 1: 1957 Etapa 2: 1969	1994	Quartzito
UHE Porto Colômbia	MG		1970	1973	1985	Basalto/seixo de quartzo
UHE Ilha dos Pombos	RJ	LIGHT	1920	1924	1991	Gnaiss
UHE Santa Branca	SP		1950	1960	1995	Gnaiss

TABELA 2.2 - RESUMO DOS CASOS DE OBRAS HIDRÁULICAS QUE SE ENCONTRAM AFETADAS PELA RAA NO BRASIL

conclusão

Obra	UF	Propriedade	Início Constr.	Fim Constr./Início de Operação	Indício e/ou evidências de RAA	Tipo de agregado
UHE Sá Carvalho	MG	SÁ CARVALHO S.A. (Antiga ACESITA)	Década de 1940	1951	Divulgação com diagnóstico: 1997	Granito
Barragem Atibainha	SP	SABESP	1969	1973	1992	Biotita gnaiss cataclástico
Barragem Cascata	SP		1973	1976	1992	Granito-gnaiss
Barragem Jaguari	SP		1977	1982	1992	Gnaiss milonitizado
Barragem paiva Castro	SP		1968	1972	1992	Biotita granito-gnaiss
Barragem Pedro Beitch	SP		1929	1932	1992	Biotita Gnaiss
Barragem Ribeirão do Campo	SP		1950	1962	1992	Biotita gnaiss cataclástico
Túnel 2	SP		1969	1973	1992	Granito
Túnel 6	SP		1969	1974	1989	Granito-gnaiss, biotita gnaiss, biotita gnaiss cataclástico
Túnel 7	SP		1978	1981	1992	Granito-gnaiss cataclástico
Edificações variadas, em fundações	PE	DIVERSAS	Variado	Variado	2005	Milonito
Ponte Governador Paulo Guerra – blocos de fundação	PE	Prefeitura de Recife	1977	1978	2002	Milonito cataclásito
Ponte sobre o Rio Tocantins - fundações	TO	DERTINS	1976	1979	Evidências: década de 1980 Divulgação: 2003	Quartzito e arenito
Ponte sobre o Rio Turvo	MG	DER/MG	Fim da década de 1950	Início da década de 1960	1996	Quartzito micáceo e quartzito xisto cataclástico

FONTE: Adaptada de HASPARYK, 2011.

Vale salientar que, dentre todas as obras hidráulicas listadas na (TABELA 2.1), onze delas apresentaram evidências da manifestação da RAA, em apenas no máximo quinze anos após o fim da construção / início de operação. Dentre as obras referidas estão as cinco usinas que compõem o complexo Paulo Afonso – Apolônio Sales (BA/AL), a UHE Pedra (BA), a UHE Furnas (MG), a Barragem Cascata (SP), a Barragem Jaguari (SP) e os Túneis 6 e 7 (SP). O tipo predominante de agregado que foi utilizado na construção destas usinas foi o gnaiss; um silicato de origem metamórfica cuja composição é formada por feldspato potássico, plagioclásio, e ainda quartzo e biotita. Este, pode ocasionar a reação álcali-sílica (RAS), se houverem condições favoráveis para a ocorrência da mesma. (MIZUMOTO, 2009).

2.2 FATORES QUE INFLUENCIAM A RAA

Para que seja possível discutir as medidas que devem ser tomadas no aparecimento da RAA, ou medidas a serem tomadas de forma a prevenir a ocorrência da reação no futuro, deve-se antes estabelecer uma relação dos principais fatores que estimulam o surgimento e o desenvolvimento desta manifestação deletéria; e, além disso, avaliar de que maneira cada fator irá influenciar no desenvolvimento desta.

Dentre os fatores que mais influenciam na RAA, podem-se mencionar os seguintes grupos de agentes, conforme classificação de Wang (1990):

- agentes relacionados ao meio ambiente, como a umidade, a temperatura e os ciclos de molhagem e secagem;
- agentes químicos, como a presença de sais e aditivos;
- agentes associados ao concreto, relacionados ao fator água/cimento, ao teor de álcalis do cimento e à dimensão das partículas dos agregados;
- e, agentes que controlam a reação e a expansão, como as adições pozolânicas, o teor de ar incorporado, a porosidade dos agregados e os aditivos químicos inibidores da expansão.

Nos tópicos a seguir, estão discutidos, com detalhes, cada um dos fatores que são determinantes para a ocorrência da RAA.

2.2.1 O cimento e o teor de álcalis

Os cimentos comuns têm como matérias-primas básicas as pedras calcárias e as argilas. Estas são calcinadas em fornos a altas temperaturas, onde uma série de reações químicas ocorre, enquanto os materiais são progressivamente queimados.

Os compostos C_3S ($(3CaO).(SiO_2)$ - Alita; silicato tricálcico), C_2S ($(2CaO).(SiO_2)$ - Belita; silicato bicálcico), C_3A ($(3CaO).(Al_2O_3)$ - Aluminato de cálcio) e C_4AF ($(4CaO).(Al_2O_3).(Fe_2O_3)$ - Ferro aluminato de cálcio), formados durante a queima das matérias primas, quando hidratados, são os responsáveis pela formação dos principais produtos de hidratação do cimento tais como o

silicato de cálcio hidratado (C-S-H), com cristalinidade, morfologia e composição variável; cristais de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, ou mais comumente conhecida como portlandita, o monossulfatoaluminato de cálcio hidratado, e a etringita ($3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaSO}_4 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$). Tais fases são as responsáveis pelas principais propriedades do cimento, tais como, a resistência mecânica, o tempo de pega, o calor de hidratação, e contribuem para a liberação de íons hidroxila à solução de poros do concreto. (GOMES NETO e BARRETO, 2013).

Segundo Tiecher (2006), a concentração de álcalis na solução dos poros do concreto influencia no potencial hidrogeniônico da mistura. Para concretos fabricados com cimentos de baixo equivalente alcalino, o pH normalmente encontra-se na faixa entre 12,7 e 13,1; já, os concretos feitos de cimento com teor de álcalis elevado apresentam pH entre 13,5 e 13,9. O elevado pH, pode contribuir e acelerar a dissolução de algumas formas de sílica, o que acaba colaborando com a formação do gel expansivo. (ROY et al. 2003).

O teor de álcalis normalmente é medido em relação aos teores dos óxidos de sódio ou potássio (Na_2O e K_2O , respectivamente) e é expresso como teor de equivalente em óxido de sódio, como mostrado na EQUAÇÃO (1):

$$\%_{equiv. Na_2O} = \% Na_2O + 0,658. (K_2O) \quad (1)$$

Dependendo do tipo da análise realizada no cimento, o equivalente em óxido de sódio pode ser total, quando dissolvido em ácido, ou solúvel, quando dissolvido em água.

Conforme a ACI Committee 221, os cimentos Portland que contenham teor de equivalente alcalino inferior a 0,6% são considerados cimentos com baixo teor de álcalis. Entretanto, com o passar do tempo, verificou-se que este limite não evita a ocorrência da RAA.

2.2.2 Agregados

Os agregados correspondem a, aproximadamente, 70% dos materiais sólidos incorporados ao concreto, exercendo influência em várias propriedades desse material de construção. Dentre estas, destaca-se a durabilidade. Para

vários tipos de rochas, existem variedades reativas e não-reativas, de acordo com sua composição mineralógica ou textura. São vários os fatores inerentes aos agregados, influentes na RAA, dentre os quais se destacam a composição granulométrica, a forma dos grãos e as características mineralógicas.

No que se refere à distribuição granulométrica, quanto maior for a dimensão da partícula do agregado reativo, menor será a expansão causada. Segundo Hobbs (1988 citado por PIREs, 2009), com o decréscimo do tamanho dos grãos de agregado, há o aumento das expansões experimentadas. No entanto, quando o agregado é utilizado em dimensões muito pequenas (pulverizado), passa a apresentar um “Efeito Filler”. Ainda, grãos mais arredondados fazem com que a matriz cimentícia fique mais compacta, e consequentemente, com menos vazios; já, para os agregados com grãos mais angulosos, as argamassas dosadas apresentam-se mais secas, difíceis de moldar e com mais vazios.

Hobbs (1988 citado por PIREs, 2009), mencionou também que há um “teor péssimo” de agregados que resulta em expansões mais elevadas. Para pequenas quantidades de agregados reativos, a expansão aumenta com o percentual. Porém, a partir de um determinado valor, não ocorre a formação de gel expansivo, pois o excesso de agregados reativos em relação aos álcalis implica no consumo rápido destes pela sílica disponível. (PAULON, 1981).

Por fim, com relação às características mineralógicas, a determinação de ocorrência ou não da RAA depende da quantidade de fases cristalizadas, pois esse tipo de reação acontece somente com fases microcristalinas, criptocristalinas e amorfas, devido ao aumento da área de contato entre as estruturas abertas e a solução dos poros. (MUNHOZ, 2008). Na NBR 15577-3 (ABNT, 2008), estão apresentadas informações referentes a minerais e rochas suscetíveis à RAA, transcrita e adaptada na (TABELA 2.2), e sugere que em jazidas produtoras de agregados, devem ser realizadas verificações periódicas das condições reativas destes, a fim de se prevenir a ocorrência desta reação deletéria em estruturas que venham a utilizar estes agregados em sua construção.

TABELA 2.3 - MINERAIS E ROCHAS SUSCETÍVEIS À REAÇÃO ÁLCALI AGREGADO.

Rochas de ocorrência		
Mineral reativo	Rochas sedimentares	Rochas vulcânicas
Opala, Tridmita ou cristobalita, vidro vulcânico ácido, intermediário ou básico	Rochas contendo opala, como folhelho, arenito, rochas salicificadas, alguns cherts e filints, e diatomito	Rochas com vidro ou vitrofíricas: rochas ácidas, intermediárias ou básicas como riolito, dacito, latito, andesito, tufo, perlita, obsidiana e todas as variedades contendo uma matriz vítrea, alguns basaltos
Rochas reativas contendo quartzo		
Mineral reativo	Tipos de rocha	
Calcedônia, quartzo micro e criptocristalino	Chert, Flint, veio de quartzo, quartzito, quartzo arenito, arenito quartzoso, calcário silicoso	
Quartzo macrogranular, com retículo cristalino deformado, rico em inclusões, intensamente fraturado, com quartzo microcristalino no contato com o grão	Rochas vulcânicas com vidro devitrificado micro ou criptocristalino Rochas micro ou macrogranulares que contenham quartzo micro ou criptocristalino ou quantidade significativa de quartzo moderadamente ou intensamente tensionado: - rochas ígneas: granito, granodiorito e charnockito - rochas sedimentares: arenito, grauvaca, siltito, argilito, folhelho, calcário silicoso, arenito e arcóseo - rochas metamórficas: gnaiss, quartzo-mica xisto, quartzito, filito e ardósia	

FONTE: Adaptada da NBR 15577-3 (ABNT, 2008).

2.2.3 Umidade e temperatura

A água é necessária para solubilizar os íons alcalinos, então, para que ocorra a reação deletéria, é fundamental ter diluída nos poros do concreto, água proveniente de alguma fonte. Devido ao fato de a umidade ser um dos fatores determinantes da existência da RAA, as obras hidráulicas são as mais suscetíveis de apresentarem esse tipo de deterioração. Conforme Hasparyk (2005), ambientes que apresentam umidade relativa acima de 80% apresentam propensão à expansão devido à RAA.

No caso da temperatura, sua elevação acelera a RAA e a formação do gel, pois aumenta a solubilidade da sílica e diminui a do Ca(OH)_2 (aumento da taxa de reação). De modo geral, sob condições de temperaturas elevadas, as reações químicas tendem a ocorrer com uma velocidade maior, o que não é

diferente nas reações que ocorrem nas estruturas de concreto. O aumento da temperatura torna o gel menos viscoso e por esse motivo, pode percolar com mais facilidade nos vazios do concreto. Além disso, as altas temperaturas também podem acelerar a hidratação do cimento e com isso, intensificar a agressividade das soluções alcalinas. (HASPARK, 1999). Por fim, além da temperatura do ambiente, a temperatura de cura também é capaz de influenciar na RAA; da mesma forma: quanto maior for a temperatura de cura, maiores serão as expansões experimentadas.

2.2.4 Tensão de confinamento e porosidade

Restrições e tensões nas estruturas de concreto influenciam as expansões e os danos devidos à RAA. As tensões de compressão bem distribuídas podem reduzir a expansão e as fissuras na direção da compressão. (PIRES, 2009). As fissuras devido à RAA podem ser de dois tipos: primárias (em mapa) e secundárias (ou estruturais). As primárias ocorrem devido às expansões irregulares, enquanto as secundárias ocorrem devido às restrições (ou armação) que se opõem à expansão do concreto. A ausência de restrições proporciona a formação de fissuras randômicas, caso contrário, as fissuras se formam paralelamente à direção de maior tensão. Em barragens de concreto à gravidade, por exemplo, as maiores expansões ocorrerão no topo (quando comparadas com as expansões da base), pois neste local, a estrutura está menos confinada. Estas tensões de confinamento são produzidas ou aumentadas pela própria expansão, devido à existência do próprio confinamento, que por sua vez atua na redução das variações volumétricas e em alguns casos até mesmo na interrupção das expansões. (SILVA, 2007).

A porosidade exerce influência na circulação da água e do gel no interior do concreto, limitando a mobilidade de ambos. A baixa porosidade pode impedir a expansão do gel e até mesmo a sua formação, pois necessita de íons hidroxila (dissolvidos na solução dos poros do concreto), percolando. Já, em um concreto com alta porosidade, por mais que haja a expansão do gel, pode ser que haja espaço suficiente em seu interior; assim, não são exercidas as pressões internas responsáveis pelas fissuras e expansões. (CARRAZEDO, 2004).

2.3 TIPOS DE REAÇÃO ÁLCALI-AGREGADO

A reação álcali-agregado pode ser classificada em dois tipos básicos, em função da composição mineralógica dos agregados que participam da reação química, e do mecanismo de expansão resultante: a reação álcali-sílica e a reação álcali-carbonato. (Guia Canadense A 864-00, 2000 citado por GOMES, 2008).

2.3.1 Reação álcali-sílica, RAS

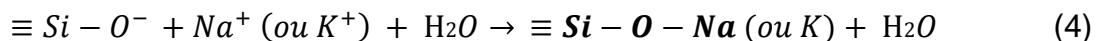
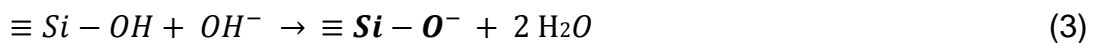
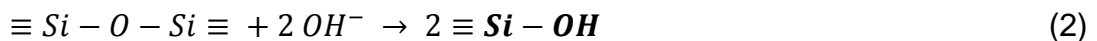
A reação álcali-sílica, ou RAS, ocorre quando a sílica reativa normalmente apresentada na forma de minerais como opala, vidros naturais, quartzo, ou sílica amorfa, é envolvida pelo hidróxido de cálcio dissolvido a partir dos álcalis dos cimentos Portland, e reage com os pontos mais fracos, poros ou superfície dos agregados. Este tipo de reação é a mais comum, pois seu processo de evolução é mais rápido e melhor detectado pelos ensaios de avaliação da reatividade dos agregados. (RAJABIPOUR et al. 2015).

Como resultado da reação, um composto álcali-sílica amorfo é formado em torno da superfície dos grãos de agregados e, à medida que a reação progride, há a migração deste gel para dentro da matriz cimentícia, o que pode acarretar na formação de aglomerados macroscópicos exsudados na superfície do concreto. (MIZUMOTO, 2009). Este gel é, mediante a absorção de água, um material expansivo capaz de exercer pressões em torno de 6 a 7 MPa no interior do concreto, causando rachaduras nos grãos de agregados e na matriz circundante, e capaz de danificar estruturas. (TAMBELLI et al. 2006).

A expansão originada pela reação ainda se apresenta como um desafio no conhecimento completo de seu mecanismo de atuação. Desde que começou a ser discutida no meio científico, algumas teorias têm surgido para tentar explicar o fenômeno. Dentre elas, pode-se citar a teoria da pressão osmótica de Hansen (1944 citado por HASPARYK, 2005), que atribuiu o efeito expansivo da reação à pressão osmótica, sugerindo que a pasta de cimento que envolve os grãos reativos atua como uma membrana semipermeável, pela qual podem ser produzidos os intercâmbios que geram elevada pressão osmótica; a teoria da adsorção de Vivian (1950 citado por GOMES, 2008), que defende a hipótese de que as pressões que ocasionam as expansões são devido aos aumentos de

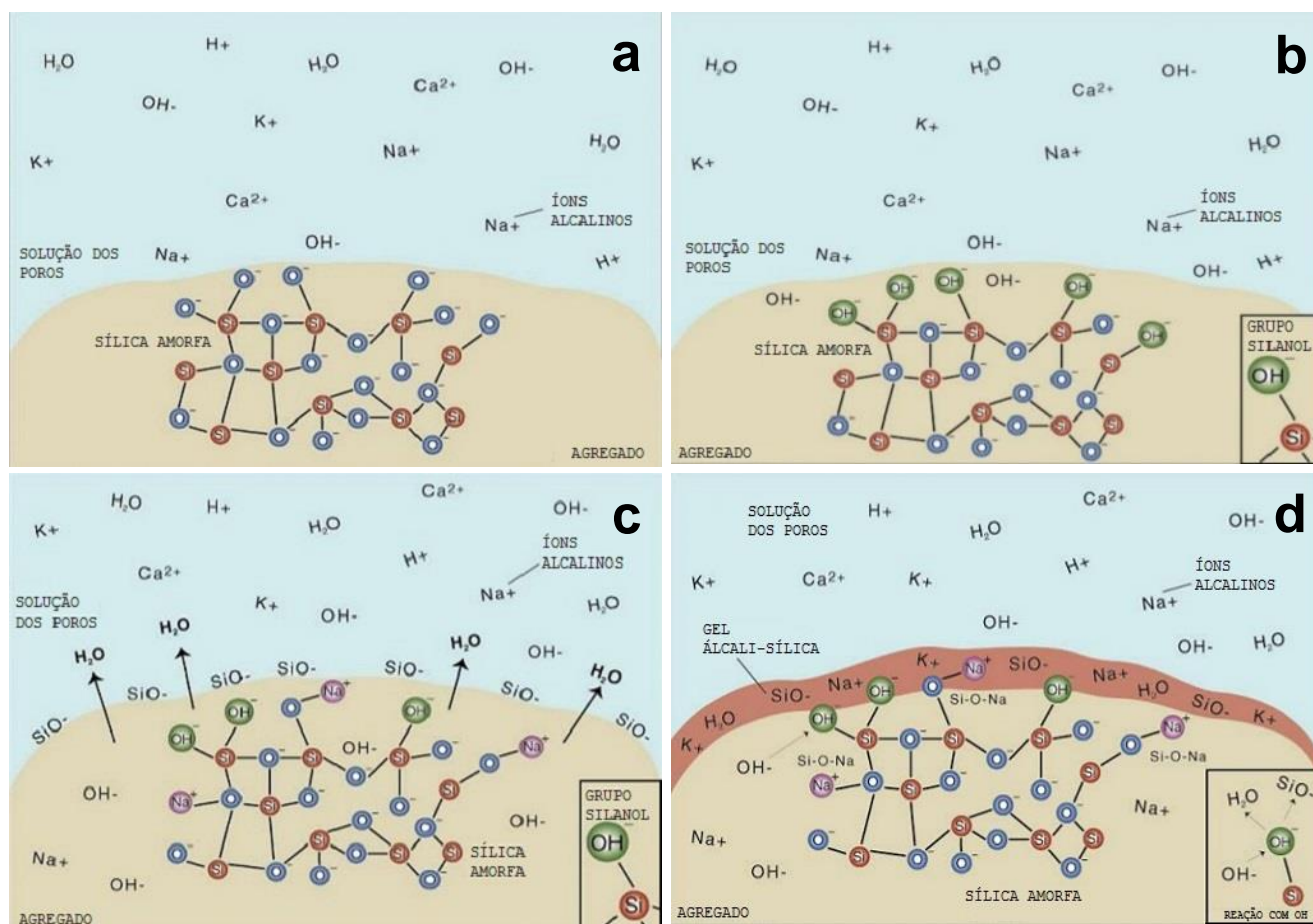
volume do gel por adsorção de água; e, a mais recente, proposta por Prezzi et al. (1997), baseada na teoria da dupla camada difusa de elétrons para a explicação das variações volumétricas derivadas da formação do gel.

O mecanismo básico de reação que ocorre na RAS, segundo a teoria proposta por Prezzi et al. (1997), é o resultado de uma série de reações sequenciais. Inicialmente, os íons hidroxila (OH^-), dissociados na solução dos poros do concreto irão penetrar na estrutura do agregado, rompendo as ligações siloxano ($\equiv\text{Si}-\text{O}-\text{Si}\equiv$), e formarão algumas ligações silanol ($\text{Si}-\text{OH}^-$) (EQUAÇÃO (2)). Com o contínuo ataque dos íons OH^- , os grupos $\text{Si}-\text{OH}^-$ formados irão reagir, produzindo espécies do tipo $\equiv\text{Si}-\text{O}^-$ (EQUAÇÃO (3)). Dessa forma, será criada uma dupla camada elétrica (composta por cátions e ânions) aumentando a concentração dos cátions Na^+ , K^+ e Ca^{2+} , que irão reagir com espécies $\equiv\text{Si}-\text{O}^-$ para formar um gel sílico-alcálico (EQUAÇÃO (4)).



Na FIGURA 2.1, está ilustrado o mecanismo esquemático da reação de formação do gel proveniente da RAA, adaptado de Collins et al. (2007 citado por ROLIM, 2010).

FIGURA 2.1 - ESQUEMA DO MECANISMO DE REAÇÃO DA RAS, BASEADA NA TEORIA DA DUPLA CAMADA DIFUSA DE ELÉTRONS. EM (A), O AGREGADO CONTENDO SILICATOS REATIVOS; EM (B) O MECANISMO DE DISSOLUÇÃO DA SÍLICA; EM (C) A FORMAÇÃO DAS ESPÉCIES ($\equiv\text{Si-O}^-$); E EM (D), A FORMAÇÃO DO GEL SÍLICO-ALCALINO



FONTE: Adaptado de COLLINS et al. 2007 (citado por ROLIM, 2010).

2.3.1.1 Reação álcali-silicato

Uma particularidade da RAS é a reação álcali-silicato, que conforme a conceituação da NBR 15577-1 (ABNT, 2008), refere-se a “um tipo específico de reação álcali-sílica em que participam os álcalis e alguns tipos de silicatos presentes em certas rochas”. A reação álcali-silicato ocorre pela interação dos álcalis disponíveis no cimento, com determinados tipos de silicatos presentes em rochas sedimentares, metamórficas e ígneas. No entanto, o processo é mais complexo e mais lento devido ao fato de os minerais reativos estarem mais disseminados no retículo cristalino do agregado. (SILVEIRA, 2007).

A relação de agregados suscetíveis à reação álcali-silicato é grande e envolve a presença de quartzo tensionado por processos tectônicos ou de minerais expansivos da classe dos filossilicatos. Os aspectos que tornam a rocha deformada vulnerável ao ataque de soluções alcalinas são: a presença de quartzo intensamente deformado, a presença de quartzo microcristalino e a existência de cristais de silicatos deformados, os quais podem também estar propensos aos ataques alcalinos. (HASPARYK, 2005).

2.3.2 Reação álcali-carbonato, RAC

Esta variação da RAA está relacionada com dois tipos de reação: a de minerais de carbonato num ambiente alcalino, desenvolvendo a desdolomitização (reação entre os álcalis e as rochas carbonáticas); e a reação de minerais de sílica associados em rochas de carbonato, que por sua vez, compreende à RAS. (LÓPEZ-BUENDÍA et al. 2006). A RAC que acontece entre minerais carbonáticos em meio alcalino ocorre quando se faz uso de agregados dolomíticos (rochas calcárias que contém teores de MgO entre 2,1% e 10,8%). (MINEROPAR, 2016). A expansão das rochas carbonáticas e de calcários dolomíticos argilosos decorre da reação dos álcalis do cimento com o calcário dolomítico formando a brucita, um carbonato alcalino e um carbonato cálcico. Esta reação é conhecida como desdolomitização. (HASPARYK, 2005).

Após a desdolomitização, o carbonato de sódio reage com os produtos da hidratação do cimento, dentro da pasta. Nessa reação, ocorre novamente a formação dos álcalis, possibilitando a continuidade da mesma. Este ciclo ocorrerá até o consumo total da dolomita disponível. (SABBAG, 2003). Segundo Katayama (2004), a pura RAC não produz expansão, pois não há formação de gel expansivo, mas sim, de compostos cristalizados como a brucita, os carbonatos alcalinos, os carbonatos cálcicos e o silicato magnésiano. Neste tipo de reação, a expansão é causada porque o processo de desdolomitização modifica a estrutura do calcário, causando aumento de volume dos produtos formados.

2.4 MÉTODOS PARA IDENTIFICAR A RAA

A identificação visual da RAA só é possível após o aparecimento de fissuras devido à expansão provocada pelo gel formado (que por sua vez apresenta uma característica esbranquiçada), haja vista que a mesma ocorre internamente à estrutura. Hoje, ainda não se dispõe de uma solução específica para a recuperação de elementos estruturais afetados pela RAA, por isso, atitudes de prevenção são relevantes. Antes do início das construções, durante a escolha dos materiais, é importante a correta seleção dos agregados a serem utilizados. Na NBR 15577 (ABNT, 2008) está sugerido para este tipo de reação, dentre outros pontos, limitar o teor de álcalis do concreto a valores menores que $3,0 \text{ kg/m}^3$ de Na_2O equivalente, utilizar cimentos compostos ou com adições, utilizar materiais inibidores da reação, ou, em último caso, substituir o agregado. No que diz respeito ao diagnóstico da RAA, algumas pesquisas já desenvolveram metodologias úteis em identificar a manifestação desta reação deletéria nas estruturas (com exceção dos métodos de avaliação da variação dimensional de CP's de concreto e argamassa conforme as NBR's 15577 partes 5 e 6 (ABNT 2008)), como por exemplo, a análise petrográfica do agregado, o método Osipov e o método químico.

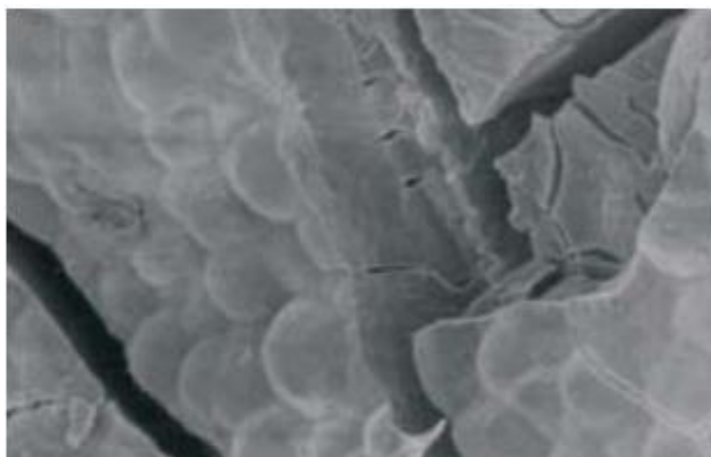
A análise petrográfica por meio da microscopia óptica pode ser realizada conforme as seguintes normas: NBR 7389 partes 1 e 2 (ABNT, 2009) e NBR 15577-3 (ABNT, 2008). Nestas metodologias estão fornecidas informações referentes à composição mineralógica dos agregados, possibilitando a identificação de elementos que são suscetíveis em reagir com álcalis que porventura estejam disponíveis. Nestas análises se abrangem várias áreas sucessivas de detalhamento crescente, realizadas a olho nu, e aos microscópios estereoscópicos de luz refletida; óptico de luz transmitida; e eletrônico de varredura, associado à identificação química por meio da espectrometria de energia dispersiva, para o diagnóstico da RAA. (VIEIRA, 1997 citado por SILVA, 2007). O método ainda é subjetivo. Recomendam-se precauções quanto à representatividade da amostra para o estudo (por serem utilizadas amostras muito pequenas), e quando possível, relacioná-la com a avaliação das expansões; associando o agregado analisado com o cimento, pois a petrografia por si só, não é capaz de indicar se o agregado pode causar expansões.

O Método Osipov se trata de uma metodologia desenvolvida pelo engenheiro Albert Osipov, e também é conhecida como método térmico, uma vez que, baseia-se em submeter o agregado graúdo a uma temperatura de 1000 °C por um intervalo de tempo de sessenta segundos. (ANDRADE, 1997). Após o aquecimento, verifica-se se houve fragmentação do agregado ensaiado, o que seria um indício de sua potencialidade reativa. Trata-se de um método simples, porém impreciso, pois podem não haver fraturas nos agregados, o que não seria um indicativo de caráter inócuo, devendo ser realizado em conjunto com outros métodos de maior precisão. (SILVA, 2007).

Já, o método químico, permite avaliar a reatividade potencial do agregado verificando a concentração de sílica dissolvida, e a redução da alcalinidade, conforme a ASTM C 289 (2007). Neste método o agregado é classificado como inócuo, potencialmente deletério, e deletério. Da mesma forma, recomenda-se associar esta metodologia com uma de maior precisão, pois apesar da confiança considerável quando analisados agregados de alta reatividade, podem haver falhas na identificação de agregados com reatividade lenta, conforme apontado por Hasparyk (1999).

Hoje, técnicas mais atuais, tais como a microscopia óptica, a microscopia eletrônica de transmissão e a microscopia eletrônica de varredura, vêm sendo empregadas no estudo de manifestações deletérias em argamassas e concretos. A microscopia eletrônica de varredura (SEM) é uma importante ferramenta na análise da topografia das amostras e permite observar a morfologia e a textura das matrizes cimentícias, além de zonas de interface entre os agregados e a pasta de cimento, e a presença de poros. No que se refere especificamente à RAA, a análise por SEM/EDS, permite detectar a morfologia do gel formado nos poros dos materiais, e sua composição química. De acordo com os estudos realizados por Hasparyk et al. (2002) e Pedrozo et al. (2003), os géis podem ter características de um produto maciço amorfo com aspecto gretado, e ainda, ser constituído por produtos cristalinos, na forma de rosáceas. Na (FIGURA 2.2), obtida por meio da SEM, está destacada a morfologia de um gel gretado, característico na RAA.

FIGURA 2.2 - DETALHE DA FISSURA NO GEL GRETADO
CARACTERÍSTICO DA REAÇÃO ÁLCALI-AGREGADO



FONTE: PEDROZO et al. 2003.

2.5 MÉTODOS DE MITIGAÇÃO DA RAA

As primeiras recomendações para mitigar a RAA, após a descoberta deste fenômeno, consistiam simplesmente em evitar a utilização de agregados reativos e de cimentos com altos teores de álcalis. No entanto, nem sempre é viável realizar a troca do agregado e em muitos casos, a simples substituição do cimento também não é suficiente. Com o passar do tempo, alguns estudos (CARLES-GIBERGUES et al. 2008) começaram a recomendar a incorporação de materiais pozzolânicos ao concreto, tais como cinzas volantes, sílica ativa e escória de alto forno, por ter-se percebido que cimentos contendo adições pozzolânicas eram eficientes em reduzir a expansão atribuída à RAS.

Segundo Tiecher (2006), a sílica presente nas adições reage com os álcalis do cimento antes que aquela existente nos agregados seja utilizada na reação, não gerando produtos expansivos. O comportamento de concretos com adição em função da RAA, ainda não foi completamente entendido. Alguns mecanismos são propostos para explicar a contribuição das adições pozzolânicas, tais como o de Chatterji (1989 citado por SILVEIRA, 2007), que considerou a diminuição da portlandita como a maior contribuição no controle das expansões, enquanto que Diamond (1983) e Page (1987 citado por SILVEIRA, 2007), sugeriram que o maior benefício do emprego de adições minerais estivesse na redução da alcalinidade e pH da solução de poros. A utilização de materiais

cimentícios suplementares, também conhecidos como adições ativas, tais como a sílica ativa, o metacaulim, as cinzas-volantes com alto teor de cálcio e a escória de alto forno foram considerados inibidores da reação álcali-agregado.

Filla (2011), apontou os quatro mecanismos de inibição da RAS, que em geral estão associados ao uso destas adições:

- i. o aumento da impermeabilidade do concreto devido à redução do diâmetro dos poros da pasta, o que leva a uma diminuição na entrada de umidade e consequente inibição da entrada de álcalis;
- ii. a diluição dos álcalis em relação ao teor de ligante total. Isso ocorre devido à substituição de parte do clínquer por adições pozolânicas. Como o clínquer é normalmente a principal fonte de álcalis do cimento, a diminuição do seu teor leva a uma redução do teor de álcalis disponíveis para reagir na solução dos poros;
- iii. a redução do pH da solução dos poros em decorrência da reação pozolânica. A reação pozolânica entre o Ca(OH)_2 liberado pelas reações de hidratação do cimento e os componentes reativos das adições, provoca a redução do pH da solução presente nos poros. Em consequência disso, há a diminuição de ocorrência da RAS;
- iv. e, a mudança na composição do C-S-H, aumentando sua capacidade de retenção de álcalis. A alteração da relação molar Ca/Si no C-S-H resultante da hidratação do cimento, tem potencial para influenciar o desenvolvimento da RAS. Se o C-S-H formado apresentar uma baixa relação molar Ca/Si, haverá maior retenção de álcalis em sua estrutura e, consequentemente, um efeito benéfico em prevenir a ocorrência da RAS. A recíproca também é válida, ou seja, se o C-S-H de elevada relação molar Ca/Si ocorrer, a consequência será a baixa retenção de álcalis.

Além de adições minerais, nos últimos anos a eficiência de compostos à base de lítio em mitigar a RAA, tem sido comprovada tanto na prevenção desta manifestação patológica (utilizado como aditivo químico na dosagem do concreto), quanto no reparo de estruturas afetadas. Vários mecanismos foram propostos descrevendo os efeitos dos compostos a base de lítio na redução das expansões associadas à RAS, incluindo os seguintes (THOMAS et al. 2007):

- i. o lítio altera a composição da RAS, resultando em um produto com pequena ou nenhuma capacidade de absorver água e expandir;
- ii. reduz a dissolução da sílica;
- iii. diminui a repolimerização de sílica e silicatos;
- iv. e, reduz as forças repulsivas entre as partículas coloidais do gel da RAS.

Nos estudos de Da Silva (2007), o uso da adição de lítio mostrou-se eficiente em mitigar a manifestação da RAA. Os resultados obtidos apontaram uma diminuição da expansão ao limite aceitável pela NBR 15577-5 (ABNT, 2008) (0,10% aos 16 dias de ensaio), para dois tipos de agregados reativos que foram utilizados no estudo, quando usada uma relação molar Li/Na_{eq} igual a 7,00. Cândido et al. (2010) concluíram em seus estudos, que o uso de um produto à base de nitrato de lítio foi capaz de minimizar em até 90% a deterioração devido à RAA, em concretos com o dano já instalado, por meio da saturação superficial das espécies ensaiadas com uma solução deste produto (com concentração percentual de 30% a 40% de LiNO_3); e 50%, utilizando o método de deposição eletroquímica do lítio nos CP's que foram ensaiados conforme a NBR 15577-6 (ABNT, 2008). Hasparyk (2005) também obteve bons resultados no uso de compostos a base de lítio, como um mitigador da RAA. Em sua pesquisa, foram utilizados testemunhos de concreto onde já havia a manifestação da reação álcali-agregado; e corpos-de-prova dosados em laboratório, previamente tratados com lítio e somente depois, expostos às condições de envelhecimento conforme a metodologia de avaliação utilizada em seu trabalho. Para os CP's tratados antes do ensaio, foram obtidas reduções expressivas das expansões, em média 40% inferiores às verificadas nos CP's que não passaram pelo tratamento prévio; nos testemunhos onde já havia o dano instalado (neste caso, com imersão destes prismas em uma solução com concentração molar de 0,74 $\text{LiNO}_3\text{:NaOH}$), houve diminuição da taxa de expansão em até 24%. Ainda, Rousselet (2016) e colaboradores, estudaram concretos com e sem adição de LiNO_3 , quando submetidos à condições que facilitassem a manifestação da RAS (exposição em meio cuja temperatura foi de 60 °C e umidade relativa de 100%), com o auxílio das técnicas de SEM/EDS, microscopia óptica e espectroscopia Raman, a fim de verificar de que forma este composto auxiliou na inibição da RAA. Com base nos

resultados obtidos, uma das conclusões foi de que a baixa cristalinidade foi a responsável pela mitigação da RAA nestes materiais. O gel formado no material sem lítio exibiu uma estrutura que era refrativa no microscópio óptico, ou seja, um produto cristalino, diferente do formado no concreto com lítio, cuja estrutura mostrou-se desorganizada, indicando uma fase amorfa.

Os resultados obtidos por estes pesquisadores corroboram com a hipótese de que o tratamento com produtos à base de lítio (utilizando-o como material de reparo), em estruturas que já estejam afetadas pela RAA, pode ser uma alternativa eficiente no combate de futuras expansões residuais que porventura possam ocorrer.

2.6 UTILIZAÇÃO DE MATERIAIS NANOMÉTRICOS EM CONCRETO

A nano-partícula é definida como uma partícula com comprimentos de duas ou três dimensões entre 1 e 100 nanômetros (nm). Materiais nesta faixa específica de tamanho possuem algumas propriedades notáveis em relação aos seus respectivos materiais a granel: maior resistência, maior condutividade, entre outras propriedades. (HALLOCK et al. 2009). Isso tende a ocorrer, uma vez que as nano-partículas têm grande área superficial e elevada fração volumétrica para proporcionar maior reatividade química. (RASHAD, 2013).

Devido aos novos usos potenciais das partículas nano, há um interesse global na investigação da influência de nano-partículas em materiais destinados à construção, especialmente em argamassas e concretos. (SHEKARI e RAZZAGHI, 2011). No que se refere à adição de nano-partículas na pasta de cimento, elas atuam como centros de nucleação, contribuindo principalmente para o desenvolvimento da hidratação do material. (LI et al. 2004). Além disso, têm importantes implicações na microestrutura da pasta, tais como a redução da porosidade e a melhoria nas propriedades mecânicas do próprio gel (maior teor de alumina, e cadeias mais longas de silicato). (BIRGISSON et al. 2012).

A finura do nano-material pode promover um fenômeno conhecido como “Efeito Filler”. Em meios de baixa pozolanicidade, as adições podem não participar como formadores de C-S-H e atuarem como um material de preenchimento, obstruindo os poros. Este efeito físico ocorre, pois, o tamanho reduzido das

partículas faz com que estas se introduzam entre os grãos de cimento e se alojem nos interstícios da pasta, reduzindo o espaço disponível para a água; dessa forma, há um refinamento da estrutura de poros. Hoje, a maior parte da investigação relacionada com concreto tem sido conduzida com os óxidos de nano-sílica (nano-SiO₂); nano-titânia (nano-TiO₂), nano-hematita e nano-magnetita (nano-Fe₂O₃ e nano-Fe₃O₄, respectivamente); nano-alumina (nano-Al₂O₃); e partículas de nano-argila. (LI et al. 2004; RACHAD, 2013; OUTULU e SAHIN, 2013; BEHFARNIA e SALEMI, 2013 e BARBHUIYA et al. 2014). Estes óxidos cerâmicos podem ser definidos como materiais policristalinos mono ou multifásicos e com pequena quantidade de defeitos estruturais.

Estudos das propriedades de concretos com a adição de nano-magnetita foram realizados ao longo desses anos. Amin et al. (2013) estudaram a resistência à compressão, nas idades de 3, 7, 14, 28 e 90 dias, de pastas modificadas com nano-Fe₃O₄, com as seguintes adições em peso: 0%, 0,05%, 0,1% e 0,3%. Os resultados obtidos mostraram uma rápida taxa de hidratação durante o período de até 14 dias, verificados pela análise da progressão da resistência à compressão em relação às idades de cura dos corpos-de-prova. Esta taxa de hidratação influenciou na obtenção de valores altos de resistência à compressão axial, principalmente nas primeiras idades. Este aumento na resistência pôde ser atribuído à aceleração da reação de hidratação devido à adição de nano-Fe₃O₄, que por sua vez, agiu como núcleo para a deposição dos produtos de hidratação do cimento. (RASHAD, 2013). Segundo Amin et al. (2013), a interação deste nanomaterial com a portlandita livre conduziu à formação de um produto hidratado com uma estrutura semelhante à da Al-etringita, designado como Fe-etringita, que apresentou um caráter hidráulico razoável. (EL-DIASTY et al. 2009). Ao fim deste estudo, a conclusão obtida foi de que o melhor teor de adição utilizado foi o de 0,3%.

Shekari e Razzaghi (2011) também estudaram a resistência à compressão, a resistência à tração indireta, a porcentagem de absorção de água e a penetração de cloretos com a adição de 1,5% de nano-Fe₃O₄ em peso de cimento Portland. Os resultados obtidos mostraram um aumento de, aproximadamente, 23% na resistência à compressão, 22% na resistência à tração indireta, redução de cerca de 18% na porcentagem de absorção de água e redução de 20% na penetração de cloretos; quando comparados com amostras

sem a adição do nanomaterial.

Já, Bragança (2016) e colaboradores, obtiveram bons resultados no estudo de concretos com adição de 1% de nano- Fe_3O_4 em substituição parcial à massa de cimento, quando estes foram expostos a ambientes agressivos. Além da melhoria das propriedades mecânicas e da menor absorção de água, foi obtida uma superior estabilidade eletroquímica dos concretos dosados, frente à exposição em meios contendo íons Cl^- e SO_4^{2-} ; isso, quando comparados com o concreto de referência após, aproximadamente, 300 dias de ensaio. Neste caso, a suposição foi de que o ferro disponível na pasta de cimento devido a adição de nano-magnetita, tomou o lugar do alumínio, tendendo à formação de sais de Kuzel e Fe-ettringita, que acumularam-se nos poros e vazios do material, em vez de formar sais de Friedel e Al-ettringita (que são subprodutos da exposição do cimento aos íons cloreto e sulfato, respectivamente). Este mecanismo resultou em uma matriz cimentícia mais homogênea e, portanto, mais durável, mesmo quando utilizados em ambientes de alta agressividade ambiental.

No que se refere a estudos aplicados ao uso de óxidos nanométricos frente à RAA, o meio acadêmico ainda é carente de pesquisas específicas para a aplicação desta metodologia como uma medida mitigadora desta reação deletéria, no entanto, uma recente e promissora tecnologia chamada de plasma CC pulsado, foi estudada e aplicada por Portella (2016) e colaboradores, para gerar filmes finos à base de nano-Ti, nano-Fe e nano-Al, em agregados basálticos com conhecida reatividade potencial, a fim de mitigar a manifestação da RAA nas argamassas trabalhadas, e promover a redução da expansão para os limites normatizados; utilizando como referência um ensaio onde foram utilizados agregados sem o tratamento por plasma. Como resultado, as expansões resultantes, foram cerca de 5 vezes menores do que a do agregado *in natura*, ficando os valores para todos os nanomateriais dentro do limite máximo de expansão (0,19%), permitido pela NBR 15577-1 (ABNT, 2008).

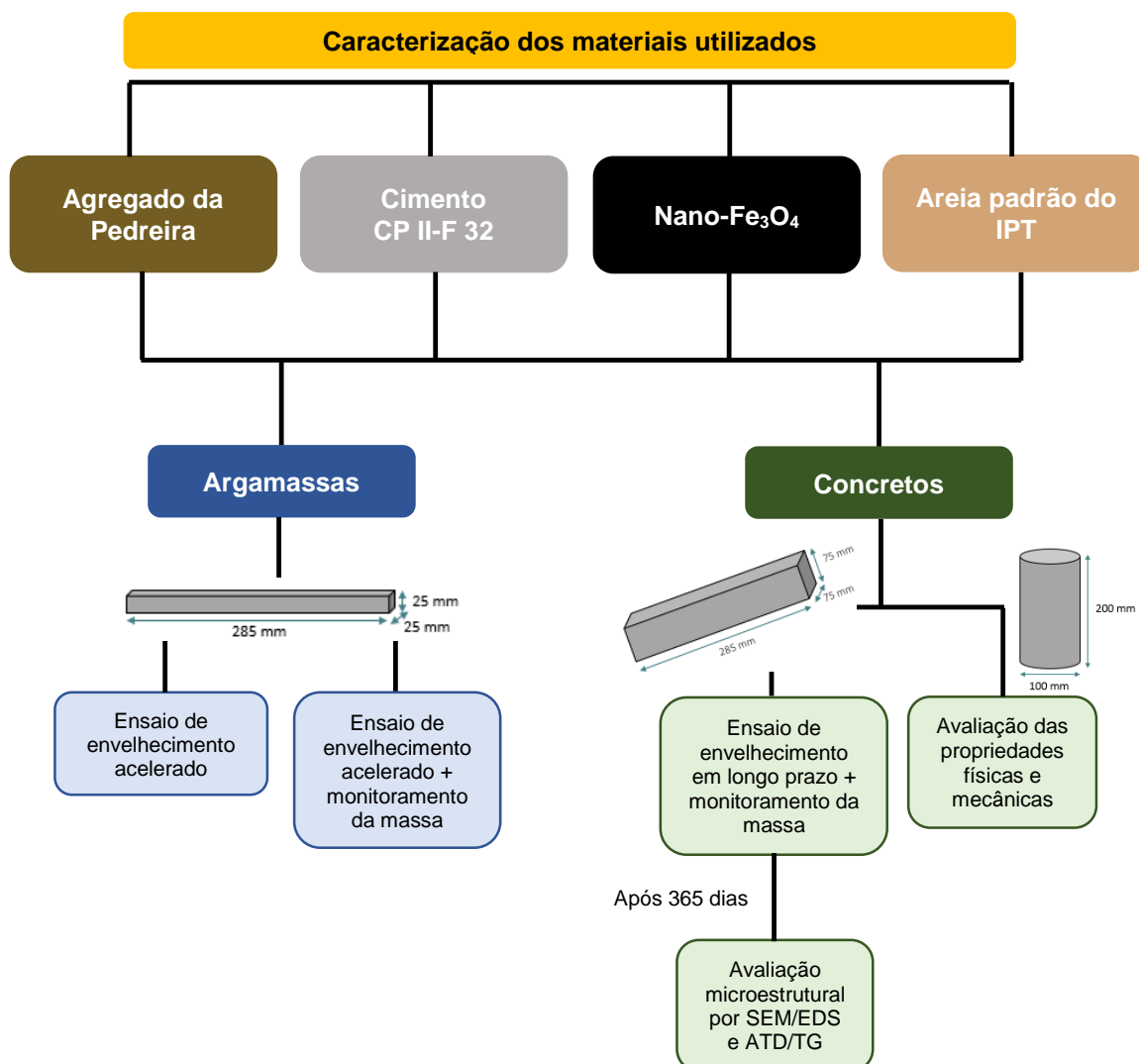
3 MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS

O presente programa experimental foi desenvolvido a partir da seleção dos materiais e de métodos a serem empregados e desenvolvidos, incluindo o agregado com conhecida reatividade potencial, proveniente de uma jazida mineral basáltica localizada na região sul do Brasil, no sudoeste do Estado do Paraná; o cimento, CP II-F 32; e o óxido cerâmico Fe_3O_4 , em escala nanométrica. Além destes materiais base para o desenvolvimento do estudo, também foi utilizada a areia normal do Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT), como um material de apoio nas dosagens dos concretos para o ensaio de avaliação da reatividade por meio do envelhecimento em longo prazo. Esta areia, é um material de referência bastante utilizado em ensaios físico-mecânicos de cimento Portland, seja no seu processo de produção, ou mesmo em laboratórios, para controle tecnológico.

A pesquisa, de uma forma geral, envolveu seis etapas principais. Num primeiro momento foi realizada a caracterização dos materiais envolvidos; em seguida, as amostras de agregado foram ensaiadas pelo método acelerado, a fim de se avaliar a potencialidade reativa; posteriormente, com este mesmo agregado, foram realizados os mesmos ensaios, porém com a substituição de parte do cimento por diferentes teores, de 1 a 5%, com a adição nanométrica (NBR 15577-5, 2008); na quarta etapa, foram moldados prismas de concreto com e sem adição do óxido cerâmico, com a finalidade de verificar o desenvolvimento da reação em concreto, a longo prazo (NBR 15577-6, 2008); na quinta etapa foram realizados os estudos físico-químicos e microestruturais dos prismas de concreto, por meio das técnicas de SEM/EDS e ATD/TG; e, por fim, na sexta e última etapa, foram realizadas dosagens para a confecção de corpos-de-prova cilíndricos de concreto, com o intuito de avaliar suas propriedades físicas e mecânicas com e sem a adição de nano-magnetita. Desta maneira, foi possível prever se a dosagem e a relação água/cimento adotadas proveram um concreto que resistiria às tensões que podem incidir em uma edificação que tivesse este mesmo traço.

No fluxograma apresentado na (FIGURA 3.1) estão descritos, de forma esquemática, os materiais e os principais métodos utilizados durante o desenvolvimento deste estudo.

FIGURA 3.1 – METODOLOGIAS EMPREGADAS NA PESQUISA



FONTE: A Autora (2017).

3.1 CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS

Para o desenvolvimento do estudo, foram utilizados alguns materiais, os quais foram caracterizados conforme normatização técnica, além de ensaios complementares, conforme detalhadamente descrito nos subitens da seção 3.1.

3.1.1 Cimento Portland

O cimento utilizado neste trabalho foi o CP II-F 32 (Cimento Portland composto com Filler). Este tem adição de filler calcário em teor entre 6% e 10% e, por este motivo, não é o mais indicado para a aplicação em meios agressivos.

(CIMENTO.ORG, 2010). No entanto, como a intenção deste trabalho foi facilitar a ocorrência da RAA para dar continuidade aos estudos, justificou-se o uso deste tipo de material.

O material foi caracterizado conforme recomendações da normatização técnica brasileira. Os procedimentos adotados estão relacionados na (TABELA 3.1), e os resultados, conforme disponibilizado pelo fabricante no site da marca, estão apresentados na (TABELA 3.2).

TABELA 3.1 - METODOLOGIAS NORMATIVAS ADOTADAS PARA A CARACTERIZAÇÃO DO CIMENTO CP II-F 32

Ensaio	Procedimentos normativos
Expansibilidade a quente	NBR 11582 (ABNT, 2012)
Resíduo na peneira	# 200 - NBR 11579 (ABNT, 2012)
	# 325 - NBR 12826 (ABNT, 2014)
Tempo de pega	NM 65 (ABNT, 2003)
Pasta de consistência normal	NM 43 (ABNT, 2003)
Finura Blaine	NBR 16372 (ABNT, 2015)
Massa específica	NM 23 (ABNT, 2001)
Resistência à compressão	NBR 7215 (ABNT, 1997)
Teor de óxidos (Al_2O_3 , SiO_2 , Fe_2O_3 , CaO , MgO , SO_3)	NBR 14656 (ABNT, 2001)
Equivalente alcalino	
Perda ao fogo	NM 18 (ABNT, 2012)
Teor de CaO livre	NM 12 (ABNT, 2012)
Resíduo insolúvel	NM 15 (ABNT, 2012)

FONTE: A Autora (2015).

TABELA 3.2 - PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DO CIMENTO CP II-F 32, CONFORME DISPONIBILIZADO PELO FABRICANTE

Ensaio Químicos											
Al ₂ O ₃	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	Perda ao Fogo	CaO Livre	Resíduo Insolúvel	Equivalente Alcalino		
(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)		
4,19	18,55	2,74	61,96	3,19	2,63	4,68	0,73	1,15	0,67		
Ensaio Físicos											
Exp. à Quente	Massa Espec.	Tempo de Pega		Consis. Normal	Finura Blaine	# 200	# 325	Resistência à Compressão			
		Início	Fim					1 dia	3 dias	7 dias	28
(mm)	(g/cm³)	(h:min)	(h:min)	(%)	(cm²/g)	(%)	(%)	(MPa)	(MPa)	(MPa)	(MPa)
0,00	3,11	04:10	05:00	26,50	3,12	1,20	11,60	14,60	31,20	35,90	43,00

FONTE: Adaptado de ITAMBÉ CIMENTOS, 2015.

Os resultados, segundo os dados do fabricante quanto à composição química e dos ensaios físicos realizados na caracterização do cimento ficaram em acordo com o estabelecido pela normatização brasileira para cimento Portland composto, NBR 11578 (ABNT,1991). No entanto, o equivalente alcalino de 0,67% obtido para este cimento, pode ser considerado um percentual elevado no que se refere a um teor considerado seguro, de 0,60%, conforme a ACI Committee 221, para evitar a ocorrência da RAA.

3.1.2 Agregados

O agregado escolhido para o estudo teve sua origem em uma pedreira do interior do Paraná com comprovada reatividade potencial. Este material foi previamente caracterizado, do ponto de vista físico, conforme recomendações da normatização técnica brasileira. Os procedimentos adotados estão relacionados na (TABELA 3.3).

Para complementar a caracterização do agregado, foram utilizadas as técnicas de espectroscopia de fluorescência de raios-X (XRF) em amostras de pastilha fundida - analisada no equipamento Espectrofotômetro PANalytical Axios Max; a caracterização das fases químicas presentes por difratometria de raios-X (XRD) - utilizando amostras na forma de pó total prensado - em um equipamento de difração PANalytical EMPYREAN, com radiação Cu-K α , de comprimento de onda λ de 1,54051 Å, varredura em 2θ entre 0° e 70°, tensão de 40 kV, corrente de 40 mA, passo de 0,001 s e com a velocidade de passo igual a 0,002 p/s. Os minerais foram identificados por comparação no banco de dados do "International Centre for Diffraction Data - ICDD. A análise petrográfica em fragmentos de rocha foi realizada conforme as diretrizes das normas NBR 7389-2 (ABNT, 2009) e NBR 15577-3 (ABNT, 2008), por meio da caracterização mesoscópica de rocha complementada por análise microscópica da seção delgada por luz transmitida, do microscópio petrográfico Carl Zeiss - modelo AXIO Imager.A2m, pela porcentagem mineralógica obtida por estimativa visual, e pelo sistema de captura e tratamento de imagem AxioVision.

TABELA 3.3 - METODOLOGIAS NORMATIVAS ADOTADAS PARA CARACTERIZAÇÃO DO AGREGADO DE ESTUDO

Ensaio	Procedimentos normativos
Distribuição granulométrica	NM 248 (ABNT, 2003)
Módulo de finura	NM 248 (ABNT, 2003)
Dimensão máxima característica	NM 248 (ABNT, 2003)
Massa específica, massa específica aparente	NM 52 (ABNT, 2009)
	NM 53 (ABNT, 2009)
Índice de forma	NBR 7809 (ABNT, 2008)
Absorção de água	NM 30 (ABNT, 2001)
Massa unitária e volume de vazios	NM 45 (ABNT, 2006)
Teor material pulverulento	NM 46 (ABNT, 2003)

FONTE: A Autora (2015).

3.1.3 Óxido nanométrico – Nano-magnetita

O óxido de ferro (Fe_3O_4) em escala nanométrica foi adquirido junto à empresa internacional Sigma-Aldrich. Este material foi selecionado para utilização neste estudo com base nos resultados obtidos por Bragança, (2014) e Bragança et al. (2016). Alguns dados específicos do material, conforme disponibilizado pelo fabricante na ficha de produtos químicos estão apresentados na (TABELA 3.4).

TABELA 3.4 - PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DO ÓXIDO DE NANO- Fe_3O_4 COMERCIAL UTILIZADO COMO ADIÇÃO PARA ARGAMASSA E CONCRETO, CONFORME DISPONIBILIZADO PELO FABRICANTE

Óxido nanométrico	Código do produto	Propriedades			
		Pureza (%)	Diâmetro de partícula (nm)	Área superficial ($\text{m}^2.\text{g}^{-1}$)	Massa específica ($\text{g}.\text{cm}^{-3}$)
Fe_3O_4	637106	97	50-100	> 60	4,800 5,100

FONTE: A Autora (2015).

Em complemento às propriedades já disponibilizadas, também foram feitas análises adicionais da morfologia deste óxido nanométrico por SEM, da composição mineralógica por XRD, e a medida da área superficial específica real, pelo princípio de Brunauer-Emmett-Teller (Método BET).

A análise por microscopia eletrônica de varredura foi realizada em equipamento TESCAN, modelo VEGA 3. A análise foi feita em baixo vácuo, e a micrografia obtida foi captada com uma tensão de 15 kV. Novamente, a

caracterização das fases químicas presentes por XRD – utilizando amostras na forma de pó total prensado, foi realizada em um equipamento de difração PANalytical EMPYREAN, com radiação de Cu-K α , um comprimento de onda de 1,54051 Å, uma gama de varredura de 2θ entre 0° e 70°, uma tensão de 40 kV, corrente de 40 mA, passo de 0,001 s e velocidade de passo de 0,002 p/s (as fases químicas no composto foram identificadas por comparação com a base de dados do International Center for Diffraction Data (ICDD)). Por fim, a medida da área superficial pelo método BET, foi realizada em equipamento Quantachrome Autosorb Automated Gas Sorption com gás nitrogênio como adsorbato.

3.2 Argamassas - ensaio acelerado para estudo da expansão

A potencialidade reativa do agregado escolhido foi avaliada por meio do ensaio de barras de argamassa pelo método acelerado proposto pela NBR 15577-5 (ABNT, 2008). Este experimento consistiu na verificação da expansão pelo monitoramento dimensional de corpos-de-prova frente a uma solução alcalina de hidróxido de sódio (NaOH) 1 N a 80 °C.

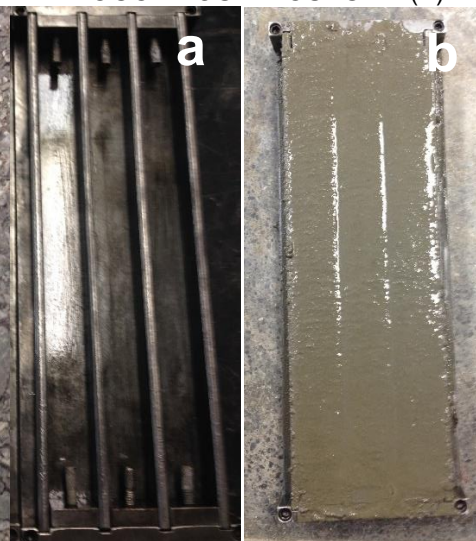
Para cada ensaio, foram moldados três corpos-de-prova com traço fixo de 1: 2,25: 0,47 (cimento: areia: relação água/cimento), utilizando a granulometria preconizada pela norma, e com dimensões nominais de (25 x 25 x 285) mm. O cimento utilizado em todos os ensaios foi o CP II-F 32, e em algumas dosagens foi realizada a adição de nano-Fe₃O₄ em substituição parcial do cimento. Nas figuras a seguir está uma fotografia do agregado (FIGURA 3.2) utilizado nos ensaios, antes do preparo exigido pela norma; e as fotografias do molde vazio, e preenchido com a mistura logo após a dosagem (FIGURA 3.3).

FIGURA 3.2 - AGREGADO BASÁLTICO REATIVO QUE FOI UTILIZADO EM TODOS OS ENSAIOS



FONTE: A Autora (2015).

FIGURA 3.3 - MOLDE DAS BARRAS (A) E A ARGAMASSA EM ESTADO FRESCO, LOGO APÓS A DOSAGEM (B)



FONTE: A Autora (2015).

Após a medida da distância entre os pinos do molde, as barras foram moldadas e curadas em câmara úmida a uma temperatura de $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$ por um período de 24 h. Terminado o processo de cura, os corpos-de-prova foram desformados e a leitura inicial do comprimento das barras foi realizado e anotado. Em seguida, as barras foram colocadas em um banho térmico contendo água a $80 ^\circ\text{C}$, e lá permaneceram por mais 24 h. No dia seguinte depois de terminada a cura em água a $80 ^\circ\text{C}$, foi realizada a primeira leitura para verificação da expansão das barras de argamassa e em seguida, estas foram transferidas para um segundo banho térmico que continha uma solução alcalina de NaOH a 1 N, também a $80 ^\circ\text{C}$, e lá permaneceram por mais 28 dias. Algumas fotografias do ensaio podem ser visualizadas nas (FIGURAS 3.4 a 3.7).

FIGURA 3.4 - CÂMARA ÚMIDA UTILIZADA NA CURA DAS BARRAS DE ARGAMASSA



FONTE: A Autora (2015).

FIGURA 3.5 - BANHO DE ÁGUA DESTILADA A 80 °C, UTILIZADO NA CURA INICIAL DAS BARRAS DE ARGAMASSA DURANTE AS PRIMEIRAS 24 HORAS DE ENSAIO



FONTE: A Autora (2015).

FIGURA 3.6 - DETALHE DOS CP'S DE ARGAMASSA IMERSOS VERTICALMENTE NA SOLUÇÃO DE NAOH 1 N A 80°C



FONTE: A Autora (2015).

FIGURA 3.7 - BANHO TÉRMICO DE SOLUÇÃO DE NAOH 1 N A 80°C UTILIZADO DURANTE 28 DIAS DE ENSAIO



FONTE: A Autora (2015).

A periodicidade das leituras de expansão das barras nos 28 dias que se seguiram do ensaio foi de três vezes na semana: segundas, quartas e sextas-feiras, sempre no mesmo horário. Na (FIGURA 3.8), está ilustrado o pódio adaptado com um relógio comparador com precisão do milésimo de milímetro, que foi utilizado para a realização das leituras de expansão das barras de argamassa.

FIGURA 3.8 - RELÓGIO COMPARADOR UTILIZADO NO MOMENTO DA LEITURA DE EXPANSÃO DE UMA DAS BARRAS DE ARGAMASSA ENSAIADAS



FONTE: A Autora (2015).

Além do controle das expansões experimentadas pelas barras de argamassa, para algumas dosagens, foi realizado o acompanhamento da variação mássica dos CP's, assim como Bouzabata et al. (2012). Em seu estudo sobre a avaliação das expansões provocadas pela RAS e pela formação de etringita tardia, foi utilizado, além da já conhecida técnica de controle da variação dimensional dos CP's, o monitoramento da massa destes, como método complementar de acompanhamento da evolução das reações. Além deste estudo, com o objetivo de conhecer melhor o comportamento expansivo do gel de RAA, Hasparyk (2005) também realizou ensaios em CP's de argamassa confeccionados com os mesmos materiais, porém, um com a RAA já instalada e o outro não. A pesquisa possibilitou a verificação de que as expansões foram diferentes, apesar da água adsorvida pelas amostras ser semelhante. As diferenças identificadas foram associadas à adsorção de água pelo gel em conjunto com a expansão térmica, confirmando a hipótese de expansão não apenas pelo intumescimento, mas principalmente pela adsorção de água pelo gel já existente na amostra com RAA, que ao entrar em contato com a água, se expandiu.

Dessa forma, neste trabalho, as massas foram determinadas com a mesma periodicidade das leituras de expansão, a fim de que fosse possível

correlacionar os dados dos dois parâmetros analisados. Na (TABELA 3.5) estão descritas as composições detalhadas das dosagens realizadas para este ensaio.

TABELA 3.5 - IDENTIFICAÇÃO DAS ARGAMASSAS MOLDADAS COM NANO-Fe₃O₄ – BARRAS DE ARGAMASSA

Dosagem	Composição das argamassas
Ensaio Convencional	
DA1	Agregado reativo + 100% do cimento CP II-F 32 – Dosagem referência - Ensaio convencional
DA2	Agregado reativo + 99% do cimento CP II-F 32 + 1% de nano-Fe ₃ O ₄ – Ensaio convencional
DA3	Agregado reativo + 98% do cimento CP II-F 32 + 2% de nano-Fe ₃ O ₄ – Ensaio convencional
DA4	Agregado reativo + 95% do cimento CP II-F 32 + 5% de nano-Fe ₃ O ₄ – Ensaio convencional
Ensaio Convencional associado ao controle de massa	
DA5	Agregado reativo + 100% do cimento CP II-F 32 – Dosagem referência - Ensaio convencional + controle de massa
DA6	Agregado reativo + 95% do cimento CP II-F 32 + 5% de nano-Fe ₃ O ₄ – Ensaio convencional + controle de massa

FONTE: A Autora (2016).

3.3 ENSAIOS NOS CONCRETOS

3.3.1 Ensaio de envelhecimento em longo prazo para estudo da expansão - Método dos prismas de concreto, modificado

A determinação da expansão em prismas de concreto foi realizada conforme diretrizes da NBR 15577-6 (ABNT, 2008), no entanto, com uma modificação: foi utilizado no estudo, o cimento CP II-F 32 e não o cimento-padrão, conforme determinado pela normativa, para que fosse facilitada a manifestação da RAA nos CP's dosados, uma vez que este possui maior teor de álcalis do que o sugerido pela norma. Devido à alteração do cimento, para cada uma das dosagens, foi necessária a correção do teor de álcalis para 1,25% de equivalente alcalino expresso em Na₂O, dissolvendo, na água de amassamento, uma quantidade calculada de NaOH. Conforme a norma, o valor de 1,25% de Na₂O

equivalente por massa de cimento foi escolhido somente para acelerar o processo de expansão e não para reproduzir condições de campo.

Para o ajuste da alcalinidade, foi realizado o cálculo conforme o exemplo demonstrado nas (EQUAÇÕES (5), (6) e (7)):

Dados hipotéticos: Consumo de cimento por m^3 de concreto = 420 kg

Equivalente alcalino do cimento = 0,9%

$$Qtdade. \text{ de álcalis no concreto} = 420 \text{ kg} * 0,9\% = 3,78 \text{ kg} \quad (5)$$

$$Qtdade. \text{ de álcalis especificada para o concreto} = 420 \text{ kg} * 1,25\% = 5,25 \text{ kg} \quad (6)$$

$$Qtdade. \text{ de álcalis a ser adicionada ao concreto} = 5,25 \text{ kg} - 3,78 \text{ kg} = 1,47 \text{ kg} \quad (7)$$

A diferença (1,47 kg) é a quantidade de álcalis, expressa como Na_2O equivalente, a ser adicionada à água de amassamento. Dessa forma, uma vez que o fator de conversão de Na_2O para $NaOH$ é de 1,291, tornou-se possível determinar a quantidade de $NaOH$ necessária (EQUAÇÃO (8)):

$$Quantidade \text{ de } NaOH = 1,47 \text{ kg} * 1,291 = 1,898 \text{ kg}/m^3 \quad (8)$$

Para as dosagens onde houve a adição de nano- Fe_3O_4 , o cálculo considerou apenas o consumo real de cimento, ou seja, foi descontada a massa de adição.

Foram realizadas quatro dosagens para este ensaio e de cada uma, foram originados quatro prismas de concreto com dimensões nominais de (75 x 75 x 285) mm. Três destes prismas foram ensaiados conforme a norma e somente um de cada, foi colocado em condições ambiente para estudo do envelhecimento devido à ação do tempo. A composição de cada dosagem foi:

- i. agregado graúdo reativo + agregado miúdo do IPT + cimento CP II-F 32 - dosagem DC1;
- ii. agregado graúdo reativo + agregado miúdo do IPT + 99% cimento CP II-F 32 + 1% de nano- Fe_3O_4 - dosagem DC2;
- iii. agregado graúdo reativo + agregado miúdo reativo + cimento CP II-F 32 - dosagem DC3;
- iv. agregado graúdo reativo + agregado miúdo reativo + 99% cimento CP II-F 32 + 1% de nano- Fe_3O_4 - dosagem DC4.

A areia padrão do IPT foi utilizada em duas dosagens (DC1 e DC2), para que fosse possível avaliar a contribuição da granulometria do agregado miúdo no desenvolvimento da RAA, quando comparadas com as dosagens em que foi utilizado somente o agregado reativo.

O traço unitário utilizado em todas as dosagens, conforme determinado pela norma, foi 1: 1,78: 2,82: 0,45 (cimento: areia: brita: relação água/cimento). Já, o traço, em massa, para a confecção de 4 prismas, de cada uma das dosagens e a quantidade de NaOH adicionado em cada uma para a correção do teor de álcalis estão apresentados na (TABELA 3.6).

TABELA 3.6 - PROPORÇÕES DOS MATERIAIS PARA A CONFEÇÃO DE 4 PRISMAS DE CONCRETO, DE CADA DOSAGEM

Dosagem	Cimento (kg)	Agregado miúdo (kg)	Agregado graúdo (kg)	Adição de 1% nano-Fe ₃ O ₄ (g)	a/c	Adição de NaOH (g)
DC1	3,53	6,26	9,93	-	1,59	26,5
DC2	3,51	6,30	9,99	35,5	1,60	26,3
DC3	4,00	7,10	11,27	-	1,80	29,9
DC4	3,96	7,10	11,27	40,0	1,80	29,7

FONTE: A Autora (2015).

Após a medição do comprimento efetivo das fôrmas, para verificar a distância entre os pinos, foi realizada a dosagem do concreto com o auxílio de uma betoneira. O abatimento do concreto foi medido imediatamente após a mistura (TABELA 3.7) e, em seguida, foi realizada a moldagem dos prismas. Estes foram adensados em mesa vibratória, em duas camadas, em tempo suficiente para tornar a superfície do concreto lisa, atentando-se aos cuidados para evitar a segregação. Nas (FIGURAS 3.9 a 3.12) estão ilustrados o procedimento e os materiais utilizados durante a dosagem dos concretos.

TABELA 3.7 - MEDIDA DO ABATIMENTO PARA CADA UMA DAS DOSAGENS, E CONDIÇÕES AMBIENTAIS DA SALA NO MOMENTO DAS MOLDAGENS

Dosagem	Temperatura da sala de dosagem (°C)	Abatimento (mm)
DC1	22,6	15
DC2	22,3	15
DC3	21,7	0
DC4	22,2	0

FONTE: A Autora (2015).

FIGURA 3.9 - DETALHE DO NANO- Fe_3O_4 SOBRE O CIMENTO, ANTES DA HOMOGENEIZAÇÃO



FONTE: A Autora (2015).

FIGURA 3.10 - DOSAGEM DO CONCRETO EM BETONEIRA



FONTE: A Autora (2015).

FIGURA 3.11 - MÉTODO DE ENSAIO DE ABATIMENTO DO TRONCO DE CONE (SLUMP TEST)



FONTE: A Autora (2015).

FIGURA 3.12 - PRISMAS LOGO APÓS A DOSAGEM, PROTEGIDOS COM FILME PLÁSTICO



FONTE: A Autora (2015).

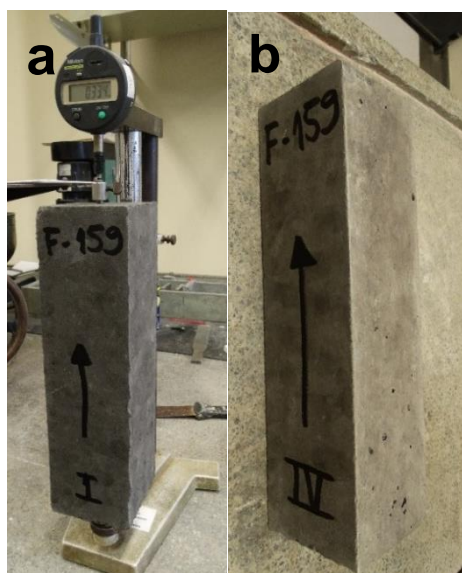
Após a moldagem, os corpos-de-prova permaneceram em câmara úmida por 24 h e somente após este período, foram desmoldados e a leitura inicial foi realizada. Assim como para as barras de argamassa do método acelerado, foi utilizado, na leitura das expansões, um relógio comparador com precisão do milésimo de milímetro (FIGURA 3.13).

Finalizada a leitura inicial, três prismas de cada uma das dosagens foram acondicionados em baldes plásticos preparados conforme critérios normativos. Os baldes continham em seu fundo uma película de água a uma altura de, aproximadamente, 20 mm, e os prismas foram dispostos verticalmente dentro do recipiente, a uma distância de cerca de 1 cm da lâmina d'água com o auxílio de um suporte de acrílico, a fim de evitar o contato direto das amostras com a água disponível no fundo do recipiente. Os baldes foram armazenados dentro de uma estufa ventilada, programada para manter a temperatura controlada em 38 °C.

Ilustrações deste processo podem ser visualizadas nas (FIGURAS 3.14 a 3.16).

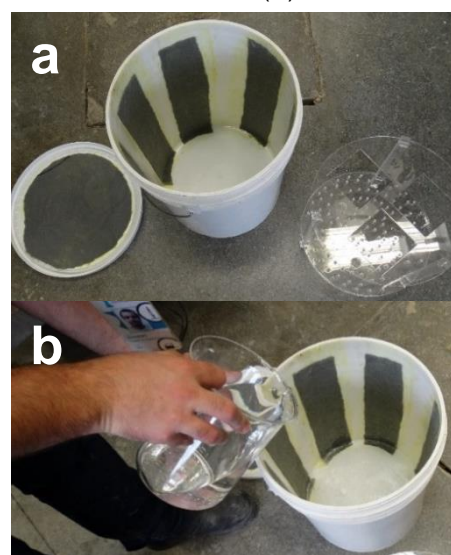
Leituras subsequentes foram feitas aos 7, 28, e 56 dias, seguido de leituras mensais dos 3 aos 12 meses de ensaio. Conforme recomendações da NBR 15577-6 (ABNT, 2008), (18 ± 2) h antes de cada leitura, os recipientes contendo os prismas foram retirados da estufa, e colocados em câmara úmida; além disso, depois de cada leitura de expansão, cada prisma foi recolocado no balde de acondicionamento, invertendo sua posição em relação ao período de armazenamento anterior para que houvesse um revezamento das extremidades que ficavam para cima.

FIGURA 3.13 - LEITURA DA EXPANSÃO DE UM DOS PRISMAS COM AUXÍLIO DO RELÓGIO COMPARADOR (A) E UM DOS PRISMAS ENSAIADOS (B)



FONTE: A Autora (2015).

FIGURA 3.14 - DETALHES DO PREPARO DO RECIPIENTE PARA ACONDICIONAMENTO DOS PRISMAS (A) E PREENCHIMENTO DO FUNDO DO BALDE COM A CAMADA DE ÁGUA (B)



FONTE: A Autora (2015).

FIGURA 3.15 - PRISMAS DE CONCRETO ACONDICIONADOS VERTICALMENTE DENTRO DO RECIPIENTE PREPARADO PARA O ENSAIO



FONTE: A Autora (2015).

FIGURA 3.16 - ESTUFA VENTILADA UTILIZADA NO ENSAIO, PARA MANUTENÇÃO DOS 38 °C



FONTE: A Autora (2015).

O quarto prisma de concreto de cada dosagem foi submetido ao envelhecimento em condições ambientais, para que fosse possível o estudo da ocorrência de reação de forma natural (FIGURA 3.17). Assim como para os prismas ensaiados conforme critérios normativos, as leituras subsequentes destes também foram feitas aos 7, 28, e 56 dias, seguido de leituras mensais dos 3 aos 12 meses de ensaio, além de depois de cada leitura de expansão, cada prisma ser recolocado na base de acrílico invertendo sua posição em relação ao período de armazenamento anterior para que houvesse um revezamento das extremidades que ficavam para cima.

De maneira análoga ao estudo de avaliação da reatividade pelo método acelerado, além do controle das expansões experimentadas pelos CP's, também foi realizado um acompanhamento da variação mássica destes nos mesmos dias em que foram realizadas as leituras de expansão (FIGURA 3.18), de modo a estudar a tendência de correlação entre os dados de variação dimensional e mássica.

FIGURA 3.17 - PRISMAS SEPARADOS PARA ENVELHECIMENTO EM CONDIÇÕES AMBIENTE (UM DE CADA DOSAGEM)



FONTE: A Autora (2015).

FIGURA 3.18 - PROCESSO DE PESAGEM DE UM DOS PRISMAS DE CONCRETO



FONTE: A Autora (2015).

3.3.2 Dosagem dos concretos de referência, e com 1% de nano-magnetita – Avaliação das propriedades físicas e mecânicas

As dosagens do concreto de referência e com a adição de nano-magnetita foram realizadas em acordo com a NBR 5738 (ABNT, 2015), sendo preparado o número necessário de CP's para a caracterização quanto às propriedades mecânicas e físicas. O concreto foi preparado adotando-se o traço preconizado pela NBR 15577-6 (ABNT, 2008), de 1: 1,78: 2,82: 0,45 (cimento: areia: brita: relação água/cimento); ainda, assim como para as dosagens dos prismas de concreto, também foi feita, para cada uma destas, uma correção do teor de álcalis do cimento para 1,25% de equivalente alcalino expresso em Na_2O , dissolvendo na água de amassamento, uma quantidade específica de NaOH . Para os concretos com adição, foi utilizado 1% de nano- Fe_3O_4 em substituição parcial ao cimento. Assim como nas dosagens das barras de argamassa e dos prismas de concreto para os ensaios de envelhecimento, a nano-adição foi misturada manualmente ao cimento.

Ao todo, foram realizadas duas dosagens e a composição de cada uma está detalhada na (TABELA 3.8). Na (TABELA 3.9) estão detalhados os dados referentes ao consumo de materiais, bem como informações obtidas no decorrer das dosagens.

TABELA 3.8 - DADOS DAS MISTURAS REALIZADAS EM CADA UMA DAS DOSAGENS – CONCRETOS PARA ENSAIOS FÍSICOS E MECÂNICOS

Dosagem	Agregado reativo	Cimento CP II-F 32	Adição
DC5			Dosagem referência – sem adição
DC6			1% de nano-Fe ₃ O ₄ em substituição ao cimento

FONTE: A Autora (2016).

TABELA 3.9 - CONSUMO DE MATERIAIS UTILIZADOS E PROPRIEDADES VERIFICADAS NAS DOSAGENS – CONCRETOS PARA ENSAIOS FÍSICOS E MECÂNICOS

Dosagem	Água (kg)	Cimento (kg)	Agregado miúdo (kg)	Agregado graúdo (kg)	a/c	Adição de NaOH (g)	Adição de nano-Fe ₃ O ₄ (g)
DC5	13,7	30,5	54,1	85,9	0,45	228,4	-
DC6	13,7	30,2	54,1	85,9	0,45	226,1	305

Dosagem	Temperatura da sala de dosagem (°C)		Abatimento (mm)
DC5	22,3		0
DC6	22,3		0

FONTE: A Autora (2016).

Os concretos foram moldados em fôrmas cilíndricas de (100 x 200) mm conforme os requisitos exigíveis para os ensaios. Após moldados, os CP's foram curados no próprio ambiente do laboratório, protegidos por uma película plástica a fim de que fosse evitada a perda da água de amassamento. Ao fim deste período foi realizada a desforma das amostras. O armazenamento dos CP's foi efetuado em câmara úmida, com temperatura controlada de $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$ e a umidade relativa mínima de 95% até a idade específica do ensaio a ser desenvolvido.

3.3.2.1 Caracterização dos concretos

Para a verificação das características mecânicas do concreto, foram realizados ensaios de resistência à compressão axial, tração por compressão diametral, e a determinação do módulo de elasticidade. Além dos testes mecânicos, também foi realizada a análise física, por meio da determinação da absorção de água e do índice de vazios (conforme a NBR 9778 (ABNT, 2005)), a fim de avaliar a porosidade do mesmo.

Com base nos procedimentos recomendado pela NBR 5739 (ABNT, 2007), o ensaio de resistência à compressão axial utilizou dois CP's de cada dosagem. Estes, após preparo conforme a normativa, foram capeados com enxofre e levados à prensa para ruptura. A máquina de ensaios utilizada nas compressões foi a da marca EMIC, modelo DL 100.000 para 100 toneladas.

Para a determinação do módulo de elasticidade de acordo com a NBR 8522 (ABNT, 2008), foram utilizados dois CP's de cada dosagem. De maneira análoga ao ensaio de resistência à compressão, antes de serem posicionados na máquina de ensaios os CP's foram devidamente capeados com pasta de enxofre. A máquina universal de ensaios utilizada neste ensaio foi a da marca EMIC, modelo DL100T, e, para a medição das deformações, foi empregado o extensômetro eletrônico de configuração dupla para a medição de pequenas deformações em corpos de prova rígidos, com sensibilidade de 0,0001 mm, marca EMIC.

Por fim, na determinação da resistência à tração por compressão diametral, dois CP's de cada dosagem, previamente preparados conforme recomendações normativas, foram ensaiados em uma máquina universal de ensaios com capacidade para 30 t, marca EMIC, modelo DL30000. Os ensaios foram realizados conforme os procedimentos preconizados pela NBR 7222 (ABNT, 2011).

Para ambas as dosagens, as idades definidas para os ensaios de resistência à compressão axial, módulo de elasticidade, resistência à tração por compressão diametral, absorção de água e índice de vazios, foram 7, 28, 91, 180 e 365 dias.

3.4 ANÁLISE DA MATRIZ CIMENTÍCIA DOS CONCRETOS DE CIMENTO PORTLAND APÓS O ENSAIO DE ENVELHECIMENTO EM LONGO PRAZO

No estudo da micrografia do concreto, três fases são importantes: do agregado; da matriz da pasta de cimento; e da zona de transição da interface pasta-agregado (ZTI). A ZTI é um ponto importante no estudo da microestrutura do concreto, pois é nela que está o ponto mais frágil do material, no que se refere

à resistência mecânica e durabilidade. Esta zona de transição entre as partículas de agregados e da matriz, embora constituída dos mesmos elementos que a da pasta, apresenta uma microestrutura diferenciada e, conseqüentemente, propriedades diferenciadas e, por isso, torna-se interessante tratar a ZTI como uma região distinta da estrutura de concreto. Para observar estas três fases, optou-se pelo emprego da técnica SEM, para evidenciar a morfologia dos compostos hidratados, em função das condições de hidratação, além de proporcionar, com o auxílio de uma microsonda analítica de raios-X (EDS) a análise da composição química elementar dos concretos após o ensaio de envelhecimento em longo prazo (aos 365 dias de idade), em equipamento TESCAN, modelo VEGA 3. Para a caracterização físico-química da matriz cimentícia, as amostras extraídas dos CP's foram retiradas com o auxílio de uma serra diamantada. Estas, foram inicialmente limpas com acetona, para retirar possíveis partículas de poeira, e em seguida, secas em estufa a 40 °C (com antecedência de aproximadamente 3 h antes das análises). Em nenhuma das amostras foi feita a metalização da mesma; todas foram avaliadas em superfície de fratura, *in natura*.

Todas as análises foram feitas em baixo vácuo, e as micrografias obtidas foram captadas com uma tensão de 15 kV. Adicionalmente às análises por SEM/EDS, também foi utilizada a técnica de caracterização por ATD/TG, para que fosse possível identificar as reações que ocorreram durante o ensaio. Por meio da decomposição de compostos diferentes em temperaturas específicas, torna-se possível identificar grupamentos que fizeram parte do processo reacional. Na análise termogravimétrica (ATG), foi utilizado um analisador térmico NETZSCH STA 449F3, e a faixa de temperatura utilizada foi de 25 °C a 1200 °C, com uma taxa de aquecimento de 10 °C.min⁻¹.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo estão apresentados os resultados obtidos e as avaliações feitas quanto ao desempenho dos materiais e produtos conformados.

4.1 CARACTERIZAÇÃO DOS AGREGADOS

Os resultados obtidos para a caracterização físico-química do agregado utilizado no estudo estão apresentados nas (TABELAS 4.1 e 4.2) e nas (FIGURAS 4.1 e 4.2).

TABELA 4.1 - RESULTADOS DOS ENSAIOS FÍSICOS DE CARACTERIZAÇÃO DO AGREGADO – ENSAIOS NORMATIZADOS

Ensaio	Resultados	
	Agregado graúdo	Agregado miúdo
Dimensão máxima característica (mm)	32	6,3
Módulo de finura	7,29	3,99
Teor de material pulverulento (%)	0,9	9,0
Massa específica, condição SSS (g/cm ³)	2,90	2,91
Índice de forma	2,4	-
Absorção de água (%)	-	1,1
Massa unitária no estado solto (kg/m ³)	1510	1690
Índice e volume de vazios (%)	49,2	0,4

FONTE: A Autora (2015).

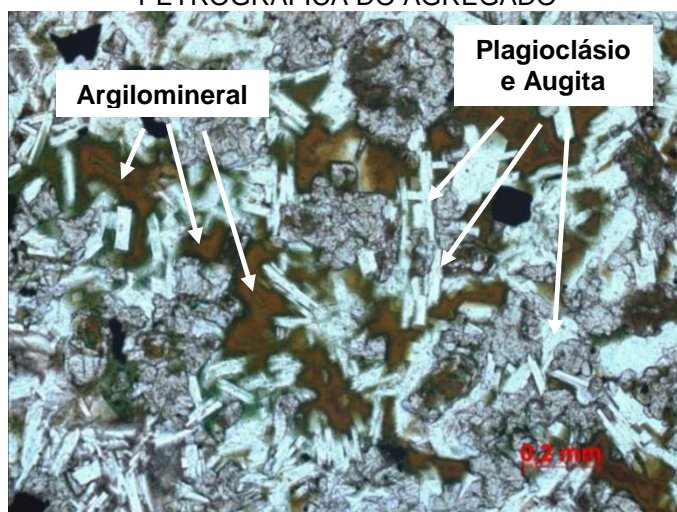
TABELA 4.2 - RESULTADOS DA CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DO AGREGADO, POR XRF

SiO ₂ (%)	Al ₂ O ₃ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	CaO (%)	MgO (%)	K ₂ O (%)
52,55	13,83	13,60	9,29	5,31	1,12
Na ₂ O (%)	TiO ₂ (%)	MnO (%)	P ₂ O ₅ (%)	*P.F. (%)	Soma (%)
2,44	1,39	0,19	0,17	0,14	100,02

* P.F. = Perda ao fogo

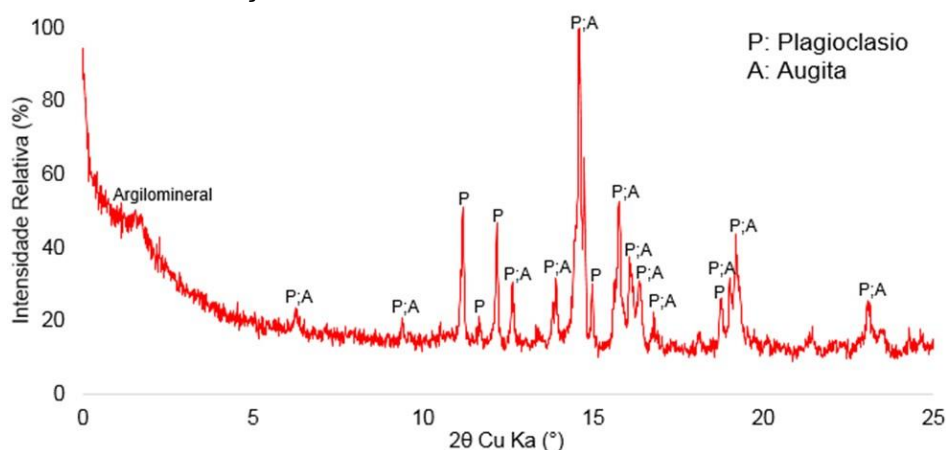
FONTE: A Autora (2016).

FIGURA 4.1 - MICROGRAFIA OBTIDA NA ANÁLISE PETROGRÁFICA DO AGREGADO



FONTE: A Autora (2015).

FIGURA 4.2 - DIFRATOGRAMA OBTIDO NA CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA QUALITATIVA DO AGREGADO, POR XRD. IDENTIFICAÇÃO DOS PICOS: P – PLAGIOCLÁSIO; A – AUGITA



FONTE: A Autora (2015).

Todos os resultados obtidos na caracterização física dos agregados, conforme as normativas, também estão de acordo com as recomendações. Na análise por XRF (TABELA 4.2), para a caracterização química, foi possível verificar que, além da composição predominante à base de SiO_2 , (52,5%) outros dois óxidos estão presentes em maior quantidade: Al_2O_3 e Fe_2O_3 , com 13,8% e 13,6%, respectivamente. Além disso, os teores de álcalis totais (Na_2O e K_2O), foram superiores a 1% e devem ser considerados quanto à solubilidade para melhor avaliar a potencialidade reativa deste agregado. Quanto maior é a solubilidade, maior é a concentração de álcalis que estarão disponíveis para

participar da RAA, além da quantidade de álcalis que já fazem parte da composição do cimento. (QUARCIONI, 2003).

Na análise petrográfica, foi possível visualizar por meio da micrografia obtida (FIGURA 4.1), a presença de argilomineral (minerais constituídos por silicatos hidratados de alumínio e ferro, que podem conter elementos alcalinos (MINEROPAR, 2016)), de tonalidades marrom a verde escuro, preenchendo cavidades irregulares intersticiais aos cristais de labradorita, ou plagioclásio $((\text{Na,Ca})(\text{Si,Al})_4\text{O}_8)$, e augita $((\text{Ca,Mg,Al})_2(\text{Si,Al})_2\text{O}_6)$. Estes mesmos minerais foram identificados na análise difratométrica (FIGURA 4.2), das fases mineralógicas presentes neste agregado, conforme comparação no banco de dados do “International Centre for Diffraction Data” (ICDD).

4.2 CARACTERIZAÇÃO DA NANO-MAGNETITA

Para complementar a caracterização da nano-magnetita comercial, utilizada nas dosagens, foram feitas análises por meio das técnicas de XRD, BET e SEM. Na (TABELA 4.3), está apresentada a área superficial específica obtida para este material, e nas (FIGURAS 4.3 e 4.4), estão apresentados o difratograma obtido para a caracterização das fases mineralógicas, e a micrografia obtida para este, respectivamente.

TABELA 4.3 - RESULTADOS DA DETERMINAÇÃO DA ÁREA SUPERFICIAL ESPECÍFICA, DA NANO-MAGNETITA, PELO MÉTODO BET

Área superficial específica (m ² /g)	
Nano-Fe ₃ O ₄	60,95

FONTE: A Autora (2017).

FIGURA 4.3 - DIFRATOGRAMA OBTIDO PARA O NANO- Fe_3O_4 COMERCIAL UTILIZADO COMO ADIÇÃO PARA ARGAMASSA E CONCRETO, CARACTERIZADO COMO MAGNETITA, M

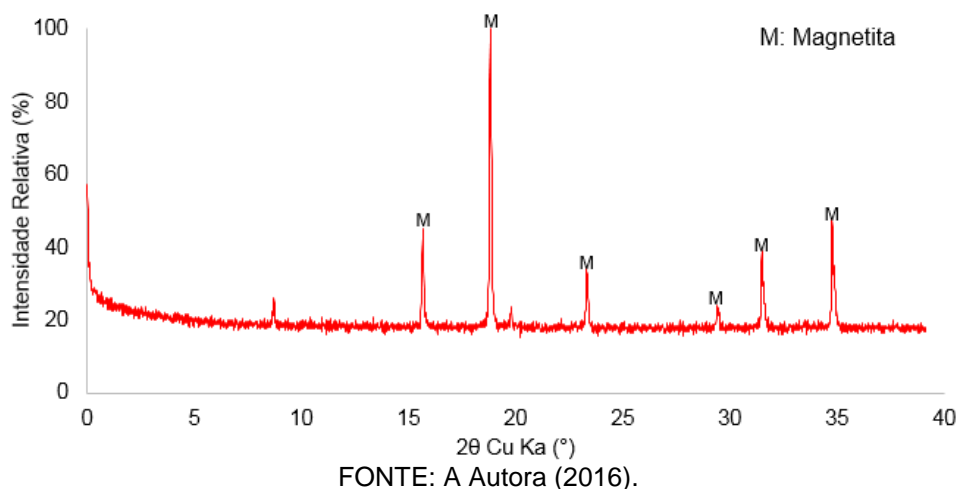
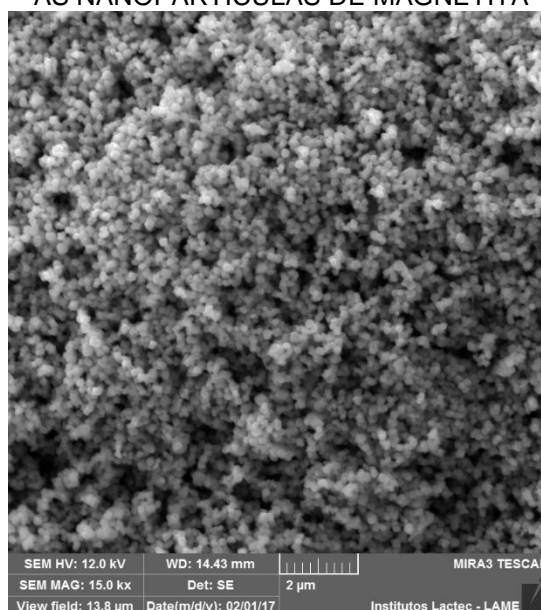


FIGURA 4.4 - MICROGRAFIA OBTIDA PARA AS NANOPARTÍCULAS DE MAGNETITA



FONTE: A Autora (2017).

No difratograma (FIGURA 4.3), foi possível identificar picos característicos da magnetita, o que indicou a pureza e a alta cristalinidade deste material; na micrografia, ilustrada na (FIGURA 4.4), foi possível visualizar o formato dos grãos, que por sua vez são arredondados e aparentemente semelhantes, indicando que há homogeneidade no material; e a área superficial específica calculada pelo método BET (TABELA 4.3), apresentou um resultado condizente com o

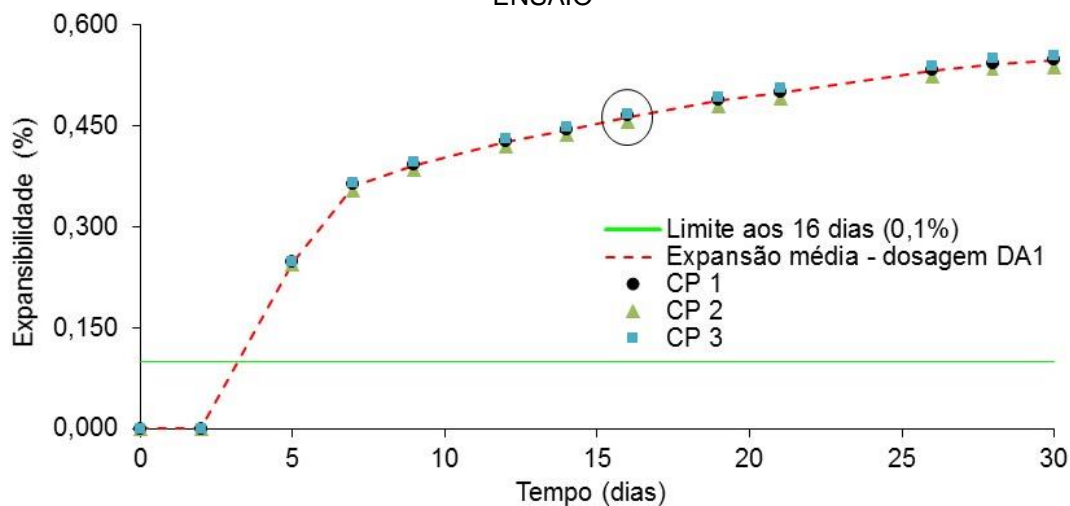
determinado pelo fabricante para este tipo de óxido nanométrico (conforme (TABELA 3.4), superior a $60 \text{ m}^2/\text{g}$).

4.3 ENSAIO DE ENVELHECIMENTO ACELERADO EM BARRAS DE ARGAMASSA – DETERMINAÇÃO DAS EXPANSÕES E DA VARIAÇÃO DE MASSA

Os resultados obtidos no ensaio acelerado para determinar a suscetibilidade de cimentos Portland em combinação ou não com adições, em mitigar a variação de comprimento de barras de argamassa elaboradas com agregados potencialmente reativos quanto à RAA foram analisados por meio de gráficos, relacionando o percentual médio de expansão das barras ao passar do tempo. Salienta-se que as expansões foram calculadas em relação à leitura inicial, ou seja, quando os CP's ainda não haviam sido expostos à solução alcalina.

Na (FIGURA 4.5) está apresentada uma curva relativa às expansões das barras de argamassa confeccionadas somente com o agregado potencialmente reativo e o cimento CP II-F 32, em função do tempo de exposição ao meio alcalino. Este ensaio foi realizado para que fosse possível avaliar o comportamento reativo deste agregado frente à mistura com o cimento escolhido para o estudo. Como já mencionado, denominado de ensaio DA1, este foi considerado como uma amostra de referência para a comparação com os ensaios seguintes.

FIGURA 4.5 - EXPANSÕES INDIVIDUAIS E MÉDIA PARA O ENSAIO DA DOSAGEM DA1 (DOSAGEM REFERÊNCIA). DESTAQUE PARA A EXPANSÃO OBTIDA AOS 16 DIAS DE ENSAIO

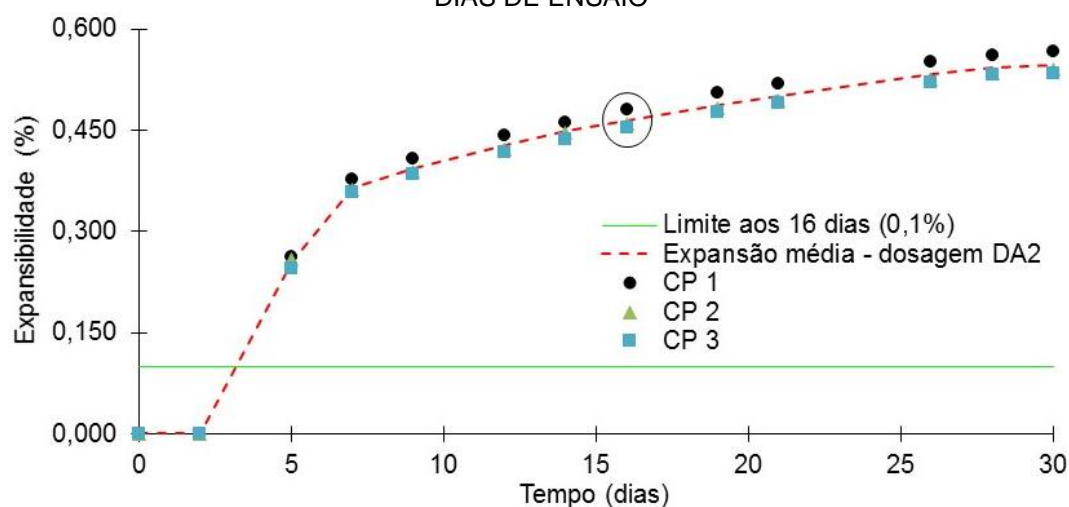


FONTE: A Autora (2016).

Conforme as premissas da NBR 15577-1 (ABNT, 2008), expansões menores do que 0,1% aos 16 dias de ensaio classificam os agregados como potencialmente inócuos, já, as expansões maiores ou iguais a 0,1%, os classificam como potencialmente reativos. Baseado nestes critérios, observou-se que, aproximadamente, aos 3 dias de ensaio, as expansões das três barras já haviam ultrapassado o limite máximo permitido por norma. Aos 16 dias, as amostras obtiveram uma expansão média de $(0,46 \pm 0,01)\%$, ou seja, cerca de quatro vezes maior do que o valor limite aceitável; resultado este, que classificou os agregados utilizados no estudo como potencialmente reativos.

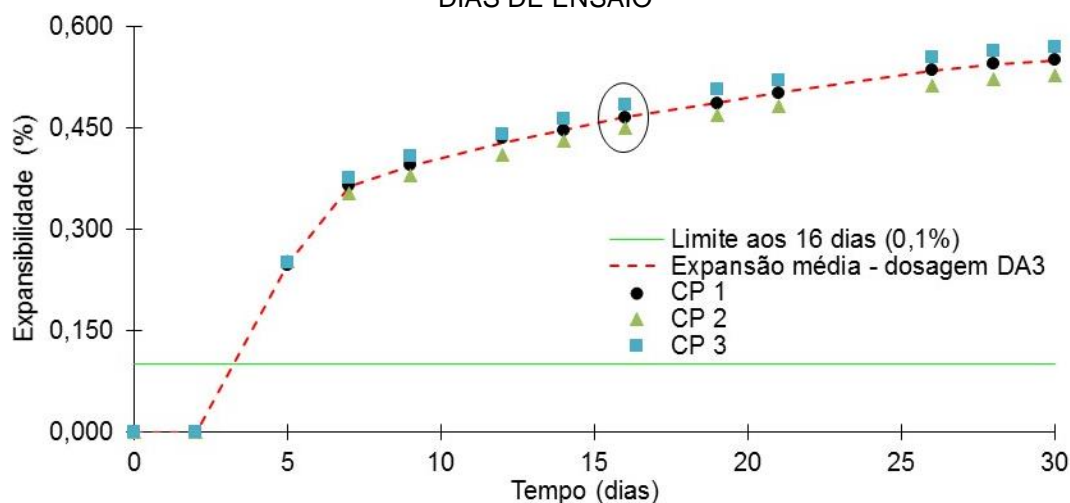
Objetivando minimizar a manifestação da RAA, nas dosagens seguintes, foram feitas adições de nano- Fe_3O_4 (nos teores de 1%, 2% e 5%), em substituição ao cimento Portland. Os resultados obtidos para o estudo do comportamento reativo das dosagens com a adição de nano-magnetita (dosagens DA2 a DA4), estão apresentados nas (FIGURAS 4.6 a 4.8).

FIGURA 4.6 - EXPANSÕES INDIVIDUAIS E MÉDIA PARA O ENSAIO DA DOSAGEM DA2 (DOSAGEM COM 1% DE NANO- Fe_3O_4). DESTAQUE PARA A EXPANSÃO OBTIDA AOS 16 DIAS DE ENSAIO



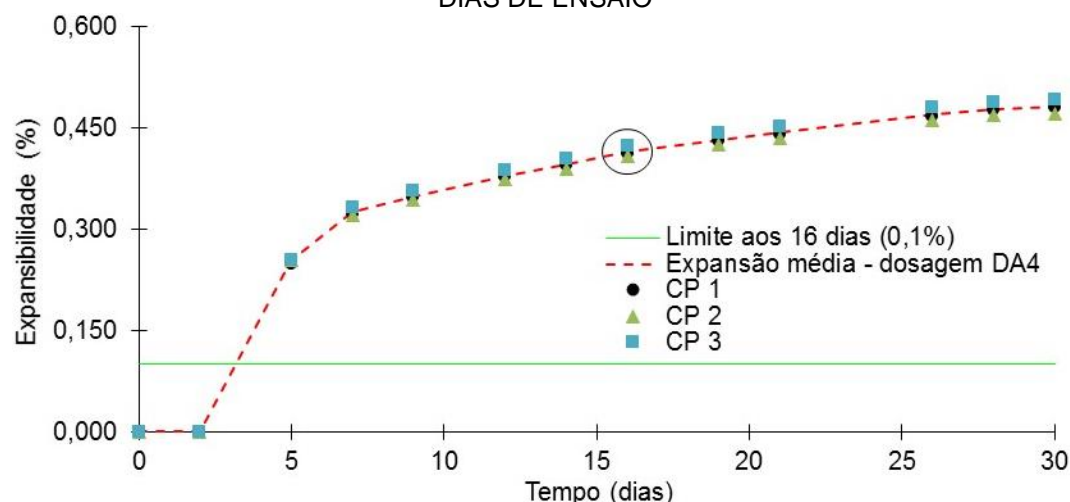
FONTE: A Autora (2016).

FIGURA 4.7 - EXPANSÕES INDIVIDUAIS E MÉDIA PARA O ENSAIO DA DOSAGEM DA3 (DOSAGEM COM 2% DE NANO- Fe_3O_4). DESTAQUE PARA A EXPANSÃO OBTIDA AOS 16 DIAS DE ENSAIO



FONTE: A Autora (2016).

FIGURA 4.8 - EXPANSÕES INDIVIDUAIS E MÉDIA PARA O ENSAIO DA DOSAGEM DA4 (DOSAGEM COM 5% DE NANO- Fe_3O_4). DESTAQUE PARA A EXPANSÃO OBTIDA AOS 16 DIAS DE ENSAIO



FONTE: A Autora (2016).

Para todos os testes, com e sem a utilização da nano-adição de ferro, foi observada a presença de RAA. Os percentuais adicionados em substituição ao cimento não mitigaram a reação, sendo verificadas expansões médias, resultantes, aos 16 dias, de $(0,46 \pm 0,01)\%$; $(0,46 \pm 0,02)\%$ e $(0,41 \pm 0,01)\%$, respectivamente para os ensaios DA2, DA3 e DA4, contra uma expansão média de 0,46% para a dosagem referência (ensaio DA1). Apesar de a variação dimensional média verificada na dosagem que continha 5% de nano-magnetita ter sido, em média, 11% inferior à obtida na dosagem de referência, não foi possível considerar satisfatório o uso deste óxido nanométrico como uma adição

mitigadora da RAA por esta metodologia, uma vez que o limite máximo permitido por norma, para as expansões, é de 0,1% aos 16 dias de ensaio.

Na (FIGURA 4.9) está apresentada uma fotografia de uma barra de argamassa exemplo, após a realização do ensaio acelerado. Nesta, foi possível notar que, devido à agressividade das reações ocorridas no interior dos CP's, houve o envergamento do mesmo. Além disso, também foi verificado o aparecimento de uma fissura longitudinal. O aspecto visual de todos os outros CP's ensaiados (incluindo os das dosagens com diferentes teores de adição), foi semelhante ao ilustrado na (FIGURA 4.9).

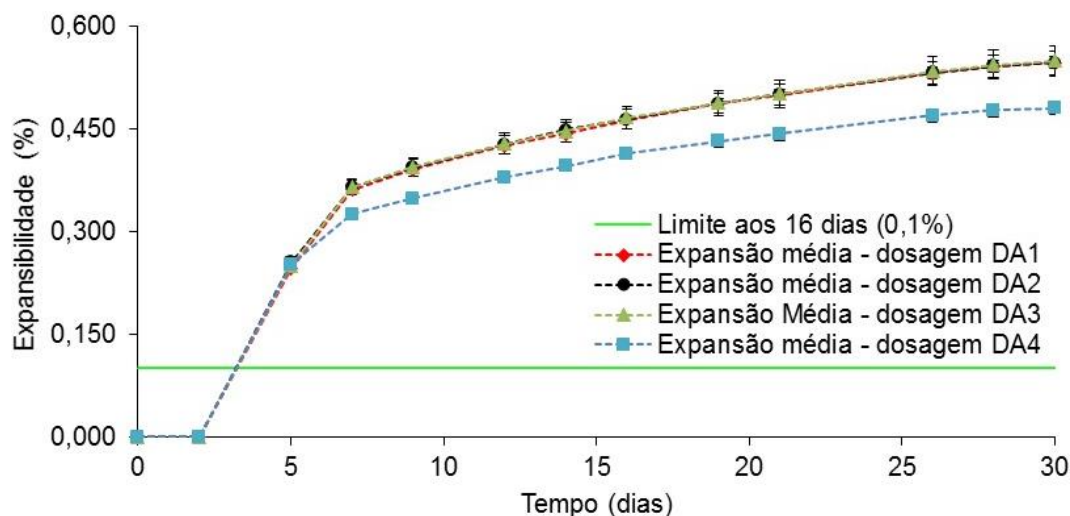
FIGURA 4.9 - UMA DAS BARRAS DE ARGAMASSA ENSAIADA CONFORME A NBR 15577-5 (ABNT, 2008). EM (A), O ENVERGAMENTO DESTA BARRA DEVIDO À QUANTIDADE DE GEL FORMADO NO INTERIOR DESTES CORPO-DE-PROVA; E EM (B), A FISSURA LONGITUDINAL PROVOCADA PELA MANIFESTAÇÃO DA RAA NESTA MESMA BARRA DE ARGAMASSA



FONTE: A Autora (2016).

Na (FIGURA 4.10), está apresentada a comparação geral do comportamento das expansões percentuais médias obtidas em todas as dosagens realizadas. Como já mencionado, foi possível observar que a expansão média experimentada pela dosagem DA4 (dosagem com 5% de nano- Fe_3O_4), foi a única que apresentou um decréscimo, em relação à expansão média obtida no ensaio da dosagem DA1 (dosagem referência), em cerca de 11%.

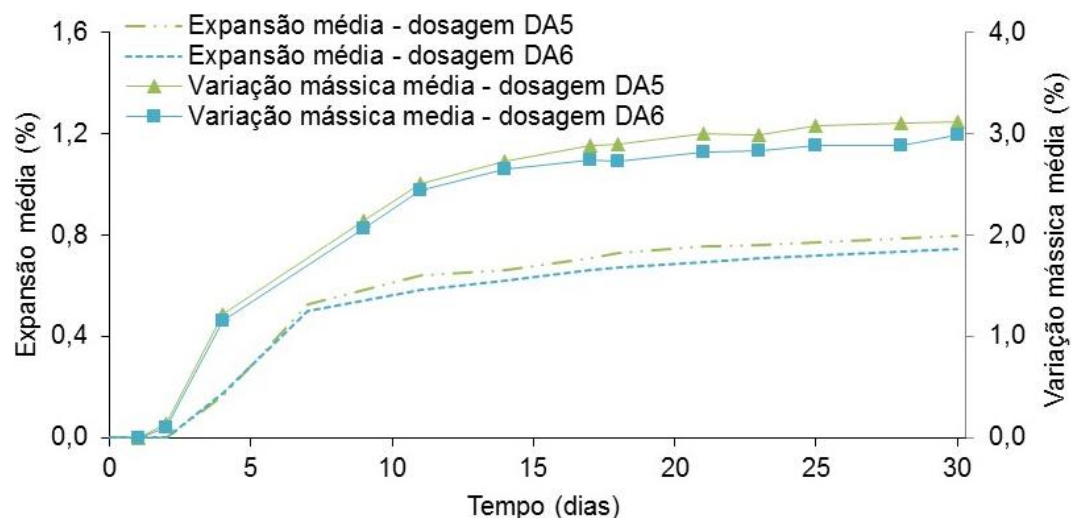
FIGURA 4.10 - EXPANSÕES MÉDIAS OBTIDAS NOS ENSAIOS DE VERIFICAÇÃO DA REATIVIDADE POTENCIAL PELO MÉTODO DE ENVELHECIMENTO ACELERADO, PARA TODAS AS DOSAGENS (DA1 A DA4)



FONTE: A Autora (2016).

Dessa forma, ainda que nenhuma das adições tenha se apresentado eficaz na mitigação completa da reação, como foram observadas expansões menores nas barras que continham 5% de nano- Fe_3O_4 , em substituição à massa de cimento, foi repetida a dosagem desta argamassa, para que, em complemento ao monitoramento da variação dimensional experimentada pelas barras, fosse também acompanhada a variação mássica destes CP's frente à ocorrência da RAA. (conforme BOUZABATA et al. 2012). Na (FIGURA 4.11), estão confrontados os dados de controle da massa e expansão obtidos para as barras da dosagem DA5 (dosagem referência para o estudo da variação da massa), e DA6 (dosagem com 5% de adição de nano- Fe_3O_4 para o estudo da variação da massa), quando submetidos ao ensaio de envelhecimento acelerado.

FIGURA 4.11 - ANÁLISE DO COMPORTAMENTO DAS EXPANSÕES E DA VARIAÇÃO DE MASSA PARA AS BARRAS DE ARGAMASSA DAS DOSAGENS DA5 E DA6, QUANDO SUBMETIDAS AO ENSAIO DE ENVELHECIMENTO ACELERADO



FONTE: A Autora (2016).

Conforme pode ser observado na (FIGURA 4.11), houve o aumento das massas das barras de argamassa, para ambas as dosagens, até aproximadamente os 14 primeiros dias de ensaio. A partir desta idade, as variações tornaram-se menores. Ainda, foi possível observar que as expansões mais evidentes aconteceram no mesmo período em que ocorreram as variações mais pronunciadas de massa (próximas aos 7 dias de ensaio), sugerindo que existe uma relação entre o comportamento das expansões e a variação mássica das amostras ensaiadas. A explicação para este comportamento, segundo Hasparyk (2005), pode estar relacionada a um efeito combinado de absorção de água da argamassa, e a adsorção de água pelo gel formado durante a exposição das mesmas em um ambiente agressivo.

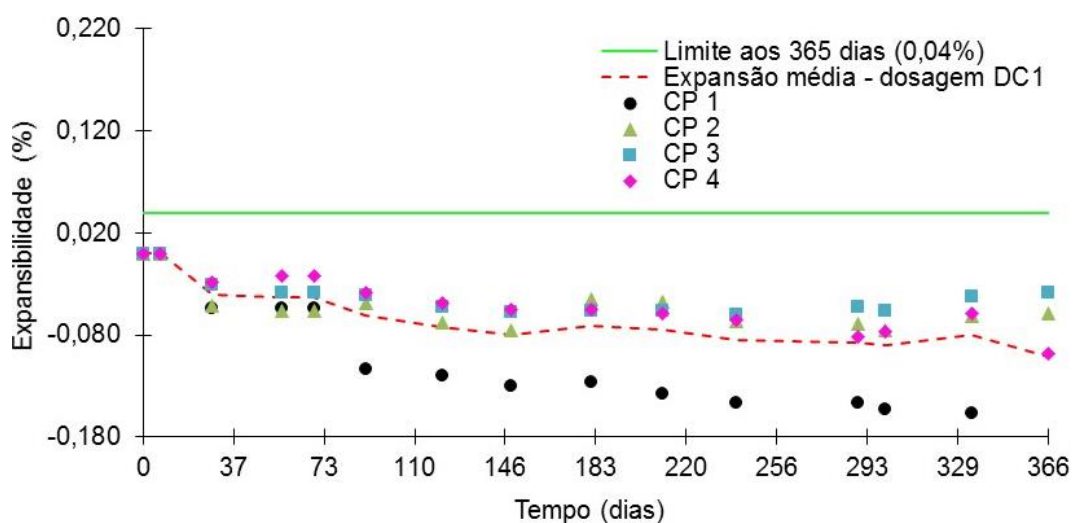
Como comentado, no caso das argamassas, onde o efeito de porosidade é desprezível, foi verificada uma relação entre a expansão das barras e a variação de massa, o que comprovou a eficiência da técnica na medição dos produtos formados, a despeito da saturação das barras. Dessa forma, os resultados desta análise permitiram comprovar que o monitoramento da variação mássica em CP's de argamassa de cimento Portland sujeitos a RAA pode ser utilizado, de forma complementar a metodologia normativa de avaliação da reatividade potencial pelo método de envelhecimento acelerado.

4.4 ENSAIOS NOS CONCRETOS

4.4.1 Ensaio de envelhecimento em longo prazo – Determinação das expansões e da variação de massa em prismas de concreto

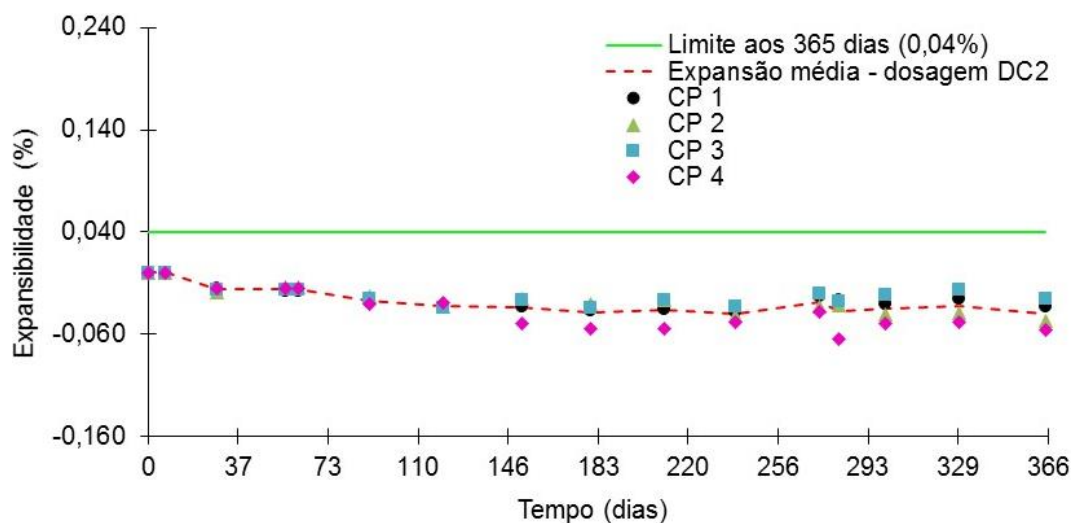
Assim como nos estudos de envelhecimento acelerado de argamassas, os resultados obtidos no ensaio para avaliar, por meio da variação dimensional de prismas de concreto, a suscetibilidade de um agregado participar da RAA na presença de íons hidroxila associados aos álcalis sódio e potássio foram analisados por meio de gráficos relacionando a porcentagem média de expansão das barras ao passar do tempo; salientando-se que as expansões foram calculadas em relação à leitura inicial. Nas (FIGURAS 4.12 a 4.15) estão apresentados os resultados das expansões dos prismas de concreto das dosagens DC1, DC2, DC3 e DC4.

FIGURA 4.12 - EXPANSÕES INDIVIDUAIS E MÉDIA PARA O ENSAIO DA DOSAGEM DC1 (REFERÊNCIA – AGREGADO GRAÚDO REATIVO + AREIA PADRÃO DO IPT) – PRISMAS DE CONCRETO



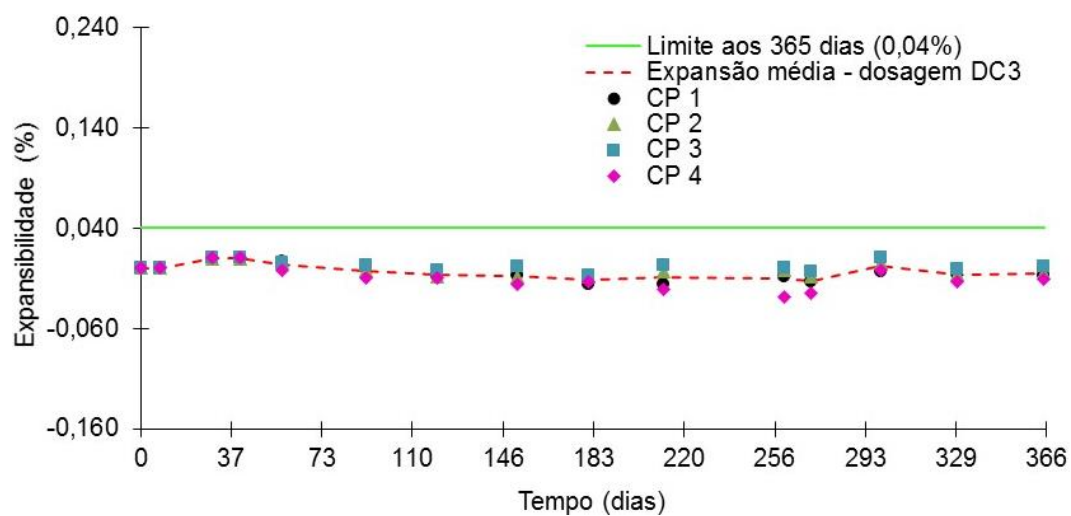
FONTE: A Autora (2016).

FIGURA 4.13 - EXPANSÕES INDIVIDUAIS E MÉDIA PARA O ENSAIO DA DOSAGEM DC2 (AGREGADO GRAÚDO REATIVO + AREIA PADRÃO DO IPT + 1% DE NANO- Fe_3O_4) – PRISMAS DE CONCRETO



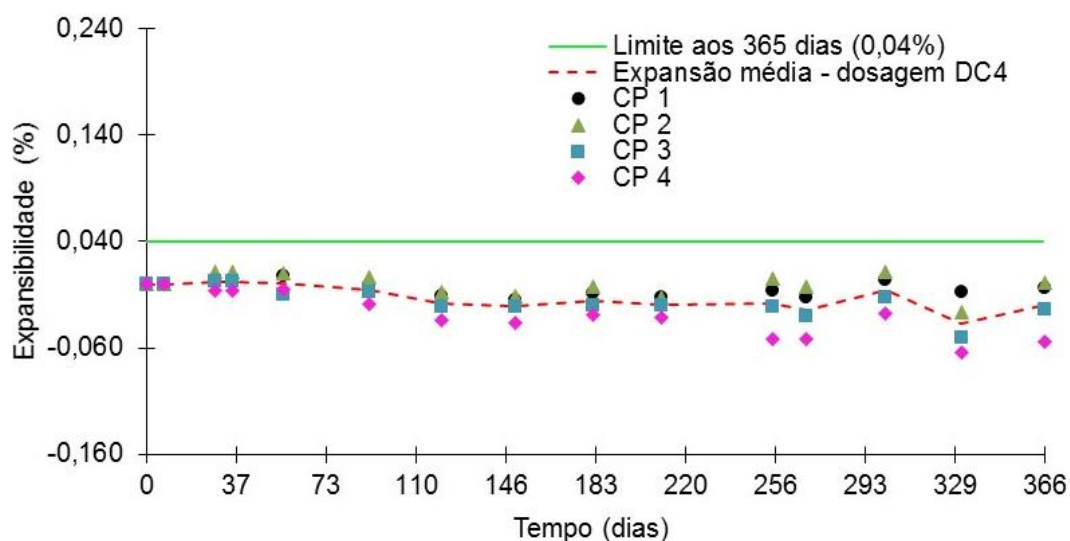
FONTE: A Autora (2016).

FIGURA 4.14 - EXPANSÕES INDIVIDUAIS E MÉDIA PARA O ENSAIO DA DOSAGEM DC3 (REFERÊNCIA – AGREGADO GRAÚDO E MIÚDO REATIVOS) – PRISMAS DE CONCRETO



FONTE: A Autora, 2016.

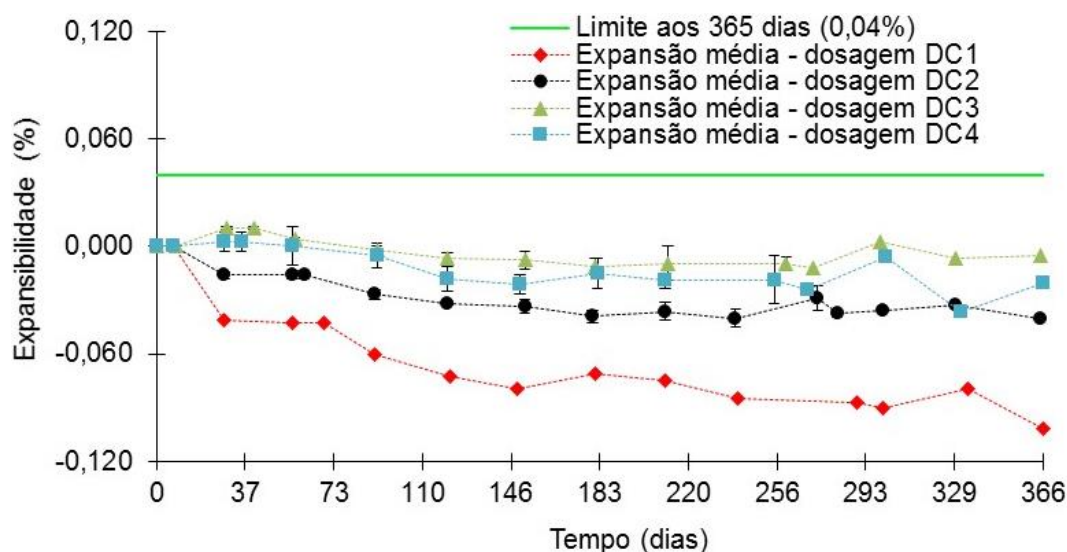
FIGURA 4.15 - EXPANSÕES INDIVIDUAIS E MÉDIA PARA O ENSAIO DA DOSAGEM DC4 (AGREGADO GRAÚDO E MIÚDO REATIVOS + 1% DE NANO- Fe_3O_4) – PRISMAS DE CONCRETO



FONTE: A Autora (2016).

Em todas as dosagens, o monitoramento da expansão dos prismas de concreto pelo método de longo prazo, não apresentou qualquer acréscimo de valor. Ao contrário disso, o que ocorreu foi a retração dos CP's avaliados (mesmo aqueles em que houve uso da adição de nano- Fe_3O_4). Conforme determinação da norma de ensaio, aos 365 dias o limite de 0,04% não deve ser excedido, para que o agregado seja considerado inócuo e apropriado para o uso; neste caso, tomando por base esta metodologia de avaliação da reatividade, foi possível considerar o agregado de estudo como adequado para utilização (inclusive para as dosagens onde não houve uso da adição nanométrica). Na (FIGURA 4.16), está a comparação geral do comportamento das expansões percentuais médias obtidas (para todos os CP's avaliados; incluindo o que foi colocado para envelhecer em condições ambientais) em todas as dosagens realizadas.

FIGURA 4.16 - EXPANSÕES MÉDIAS OBTIDAS NOS ENSAIOS DE VERIFICAÇÃO DA REATIVIDADE POTENCIAL PELO MÉTODO DE ENVELHECIMENTO EM LONGO PRAZO, PARA TODAS AS DOSAGENS (DC1 A DC4)



FONTE: A Autora (2016).

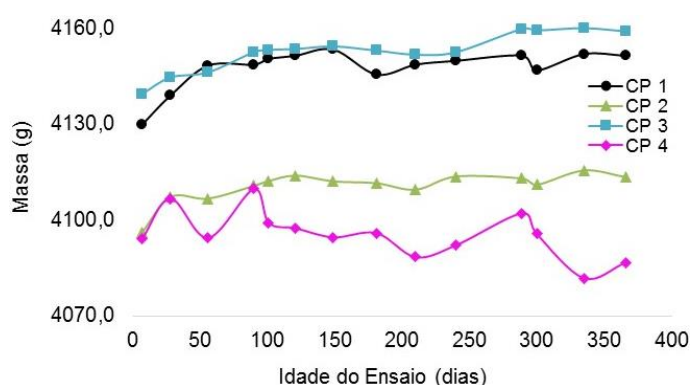
Como já descrito, os CP's 4, de todas as dosagens, não foram ensaiados conforme as premissas da normativa. Ao invés de serem acondicionados em uma estufa com temperatura controlada e dentro de um recipiente hermeticamente fechado, onde não houvesse contato direto com a água, estes prismas foram submetidos às intempéries climáticas. Nos gráficos obtidos com os dados de variação das expansões (FIGURAS 4.12 a 4.15) foi possível constatar que, o comportamento de todos os CP's 4, foi muito semelhante ao observado nos demais prismas que foram ensaiados conforme a NBR 15577-6 (ABNT, 2008). Dessa forma, para este teste, concluiu-se que o método determinado pela norma de avaliação da reatividade em longo prazo se aproxima bastante das condições reais ao qual as estruturas de concreto estão dispostas no meio urbano, uma vez que, as variações dimensionais obtidas para estes CP's, praticamente não diferem das observadas para os demais prismas que foram ensaiados dentro das condições normatizadas.

Analisando a (FIGURA 4.16), foi possível perceber uma retração maior nos prismas das dosagens em que foi utilizada a areia normal brasileira (DC1 e DC2). Como já mencionado, esta foi utilizada por se tratar de um material de referência potencialmente inócuo. Dessa forma, seria possível observar a influência do material fino reativo nas dosagens em que foi usado somente o

agregado da pedreira. A ausência de expansão observada nas dosagens DC3 e DC4 permitiu inferir que, a areia reativa realmente pôde influenciar no desenvolvimento da reação no interior dos prismas. Mesmo com as expansões não atingindo o limite máximo permitido por norma, é possível que tenha ocorrido a formação de gel de RAA no interior destes concretos devido à mínima variação dimensional observada para estas amostras. Esta possibilidade pode estar relacionada à pouca retração nestes CP's, pois, como houve pouco ou nenhum encolhimento dos prismas, a presença de gel nos poros destes pode ter compensado o retraimento não observado (THOMAZ); o que por sua vez manteve o volume das amostras praticamente constante durante todo o ensaio, e deu a falsa impressão de que não houve a manifestação da RAA nestas dosagens.

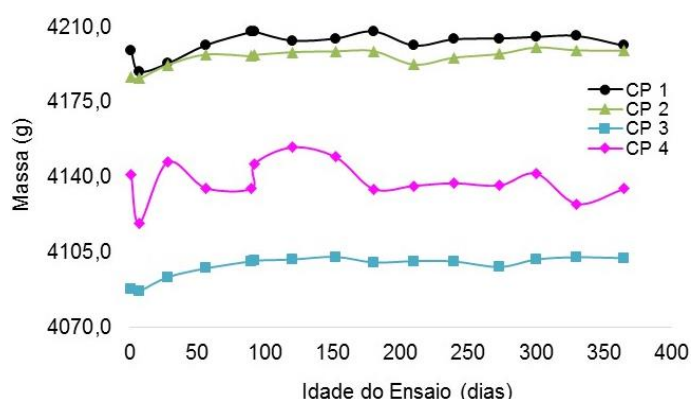
Para testar esta hipótese, além do controle das expansões experimentadas, também foi realizado o acompanhamento da variação mássica destes CP's durante o desenvolvimento do método de ensaio. Assim, como nos testes de envelhecimento acelerado, as massas também foram determinadas com a mesma periodicidade das leituras de expansão, a fim de que fosse possível correlacionar os dados dos dois parâmetros analisados. Nas (FIGURAS 4.17 a 4.20) estão representadas as variações mássicas individuais ocorridas em cada uma das dosagens.

FIGURA 4.17 - VARIAÇÃO MÁSSICA INDIVIDUAL DOS CP'S DO ENSAIO DC1 (REFERÊNCIA – AGREGADO GRAÚDO REATIVO + AREIA DO IPT) – PRISMAS DE CONCRETO



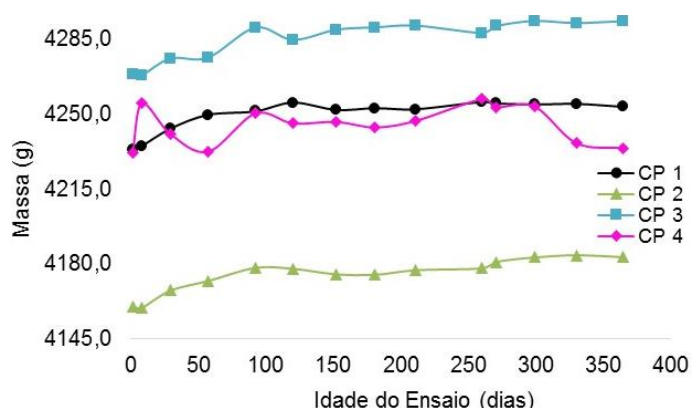
FONTE: A Autora (2016).

FIGURA 4.18 - VARIAÇÃO MÁSSICA INDIVIDUAL DOS CP'S DO ENSAIO DC2 (AGREGADO GRAÚDO REATIVO + AREIA DO IPT + 1% DE NANO-Fe₃O₄) – PRISMAS DE CONCRETO



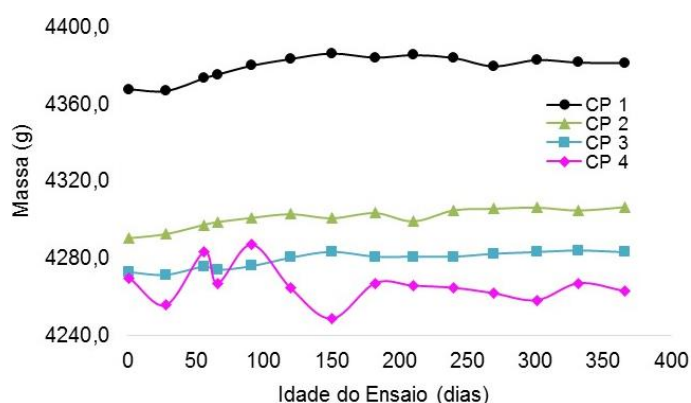
FONTE: A Autora (2016).

FIGURA 4.19 - VARIAÇÃO MÁSSICA INDIVIDUAL DOS CP'S DO ENSAIO DC3 (REFERÊNCIA – AGREGADO GRAÚDO E MIÚDO REATIVOS) – PRISMAS DE CONCRETO



FONTE: A Autora (2016).

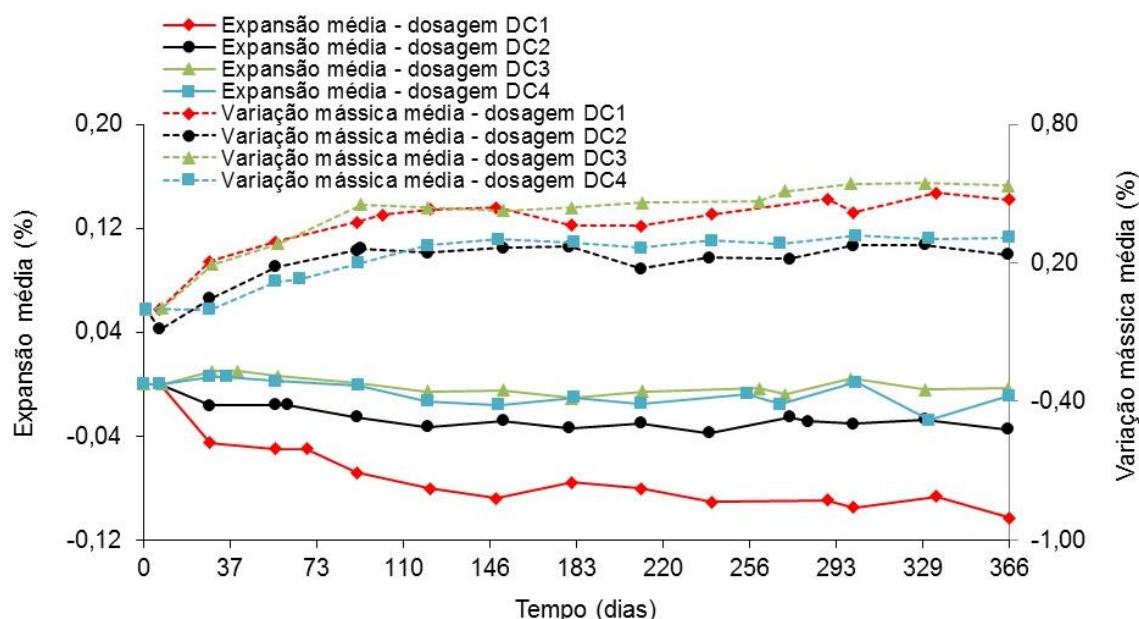
FIGURA 4.20 - VARIAÇÃO MÁSSICA INDIVIDUAL DOS CP'S DO ENSAIO DC4 (AGREGADO GRAÚDO E MIÚDO REATIVOS + 1% DE NANO-Fe₃O₄) – PRISMAS DE CONCRETO



FONTE: A Autora (2016).

Como pôde ser observado nas (FIGURAS 4.17 a 4.20), com exceção dos CP's de número 4, foram verificados acréscimos de massa para todos os prismas. Devido ao comportamento oscilante obtido nos prismas de número 4, por terem sido submetidos às adversidades ambientais, estes não foram utilizados na análise comparativa do desempenho expansivo em relação à variação de massa, a fim de que houvesse o menor desvio de tendência possível (FIGURA 4.21). Para esta análise foram incluídos somente os dados médios de expansão e de variação de massa dos três CP's (de cada dosagem), que foram ensaiados conforme as diretrizes da NBR 15577-6 (ABNT, 2008).

FIGURA 4.21 - ANÁLISE DO COMPORTAMENTO PERCENTUAL DAS EXPANSÕES E DA VARIAÇÃO DE MASSA PARA OS PRISMAS DE CONCRETO DAS DOSAGENS DC1 A DC4, QUANDO SUBMETIDOS AO ENSAIO DE ENVELHECIMENTO EM LONGO PRAZO



FONTE: A Autora (2016).

No caso dos concretos, o aumento de massa observado, mesmo sem que houvesse a expansão dos prismas, também pode estar relacionado com a ocorrência de RAA. Como já discutido, apesar da ausência de expansão, os resultados mostraram haver a formação e o acúmulo de subprodutos da reação nos poros e vazios do material, o que até o término do ensaio, não afetou a variação dimensional das amostras a ponto de o limite máximo de expansão ser atingido. Esses resultados corroboraram tanto com os dados obtidos para o estudo com argamassas (que diferiram devido à agressividade do meio de exposição e, principalmente, da microestrutura dos materiais, com menos poros e vazios para esta), quanto com os estudos de Bouzabata et al. (2012), e levantam a possibilidade de ampliação da metodologia para a avaliação incipiente da RAA em concretos, com o monitoramento adicional da variação mássica.

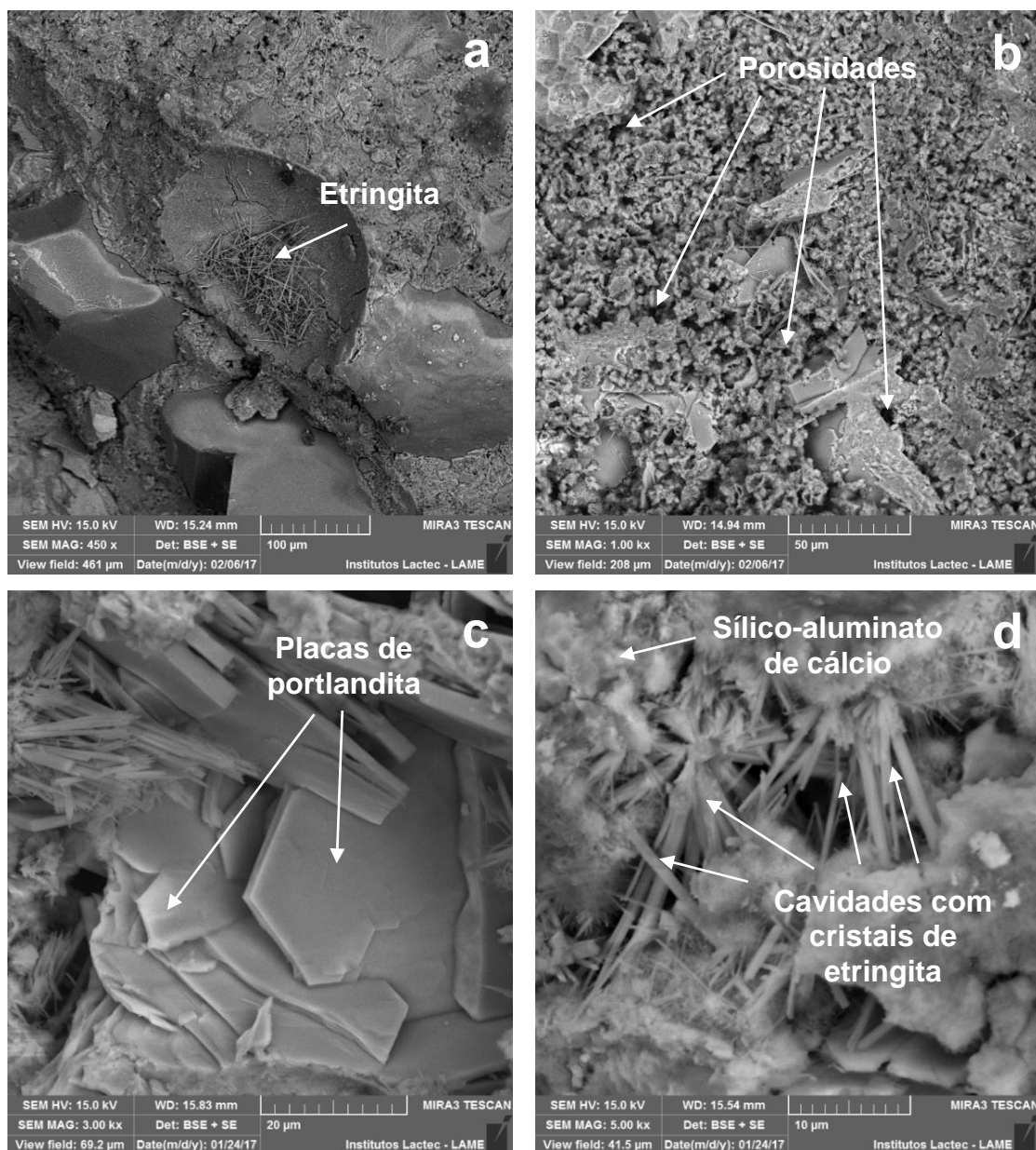
4.4.2 Análise da microestrutura dos concretos ensaiados

A avaliação da microestrutura dos concretos ensaiados conforme as premissas da NBR 15577-6 (ABNT, 2008), buscou identificar as fases presentes e caracterizar os constituintes existentes nesses materiais, ao término do ensaio

de avaliação da reatividade potencial (concretos com 365 dias). Para tal, foram utilizadas as técnicas de SEM/EDS e ATD/TG. Foram analisados um testemunho de concreto de cada dosagem, com exceção dos prismas que foram envelhecidos em condições ambientais. Devido à discrepância no comportamento mássico observado para estes CP's optou-se em realizar as análises microestruturais somente nos concretos que foram ensaiados conforme as premissas da norma de ensaio.

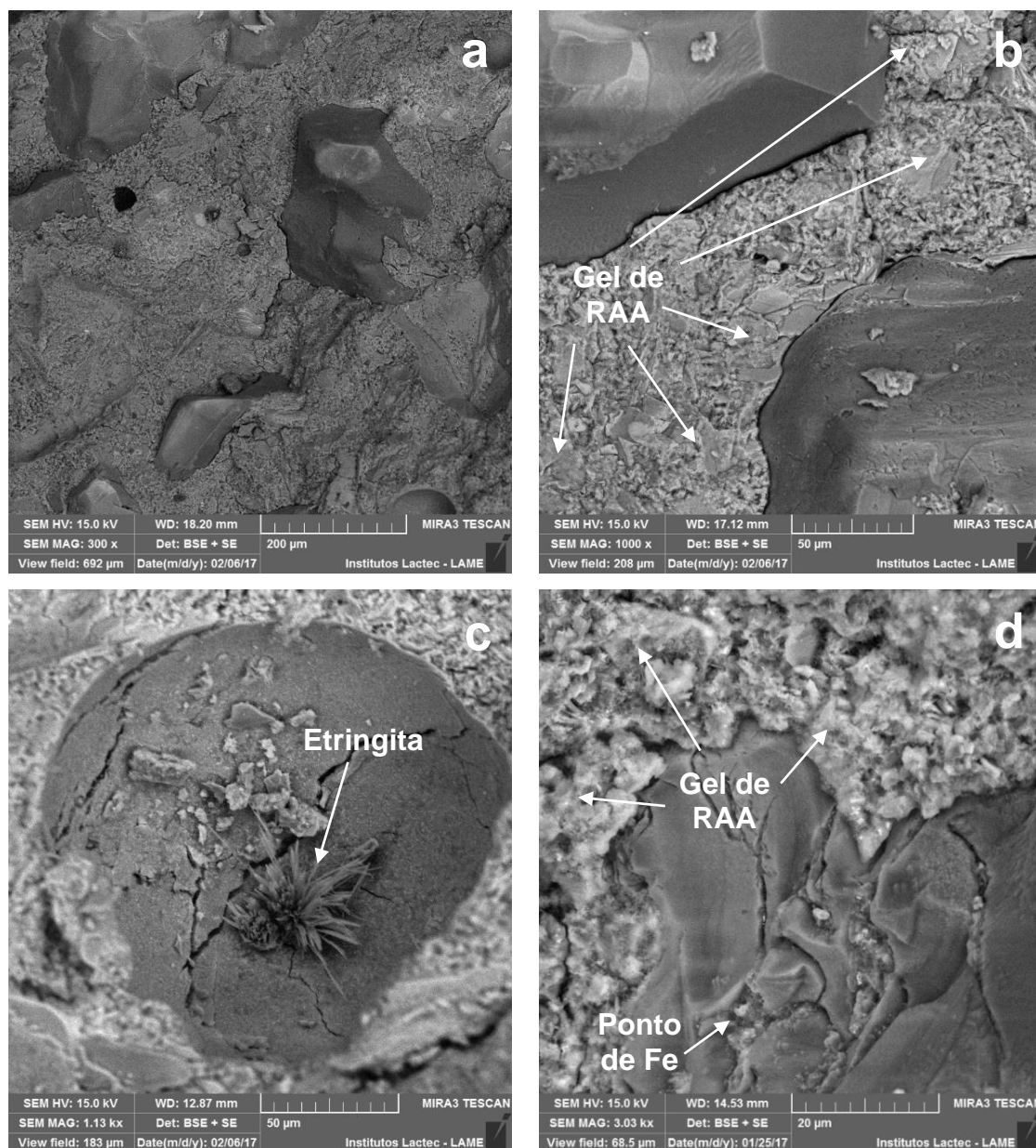
Apesar de o ensaio de avaliação da reatividade pelo monitoramento das expansões experimentadas não ter indicado a manifestação da RAA, foi observado o aumento de massa para todas as amostras ensaiadas, o que seria um indicativo de formação de produtos. Para comprovar a hipótese de que houve a formação de gel nestes materiais, foram feitas análises por SEM/EDS para os testemunhos de concreto das dosagens DC1 a DC4, após o ensaio de envelhecimento em longo prazo. As micrografias obtidas e as principais características morfológicas observadas, estão apresentadas nas (FIGURAS 4.22 a 4.25).

FIGURA 4.22 - MICROGRAFIAS, POR SEM, OBTIDAS DA AMOSTRA DE CONCRETO DC1, APÓS 365 DIAS DE ENVELHECIMENTO EM LONGO PRAZO. EM (A) COM APROXIMAÇÃO DE 450 VEZES, EM (B) 1000 VEZES, EM (C) 3000 VEZES, E EM (D), 5000 VEZES



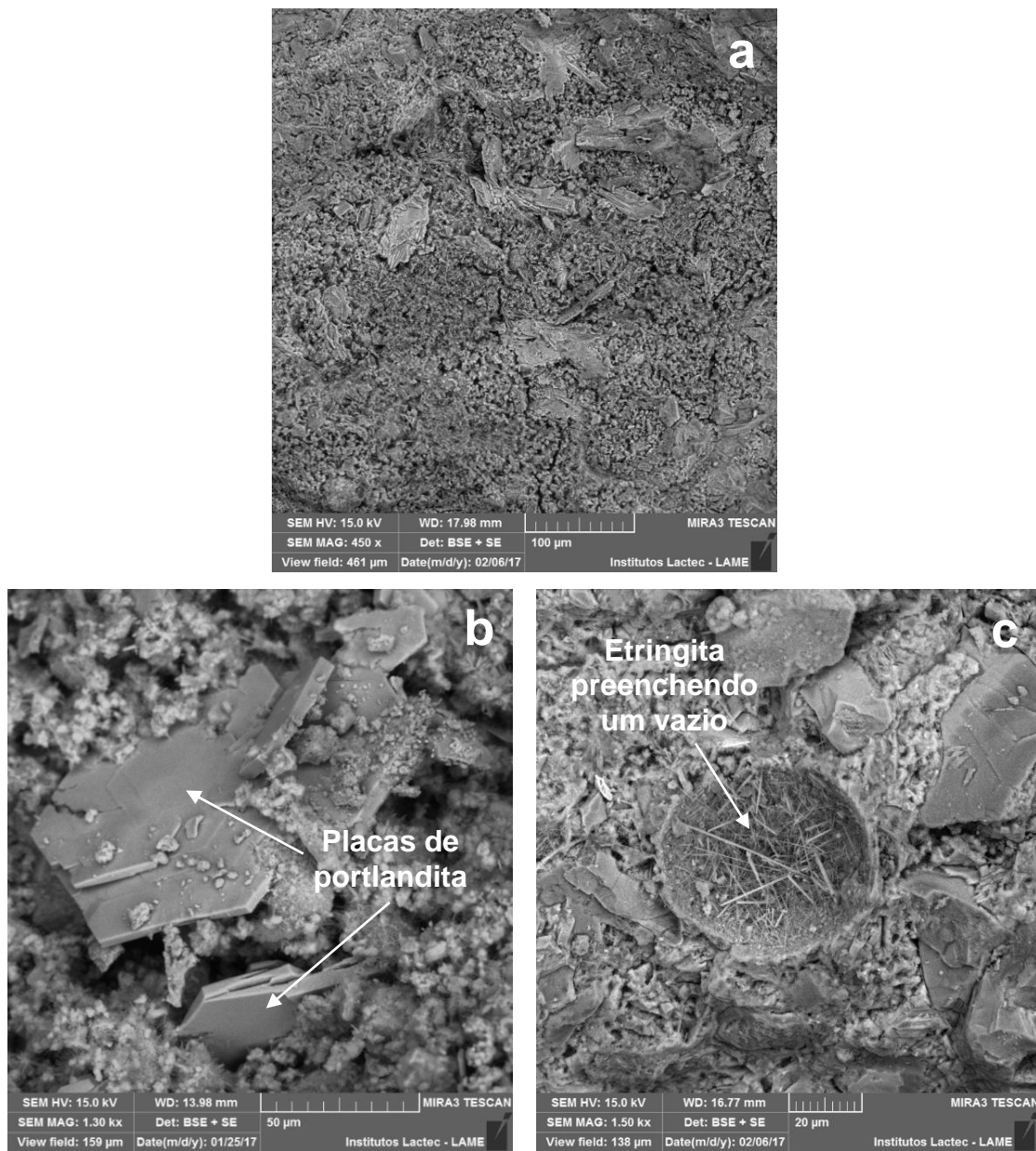
Fonte: A Autora (2017).

FIGURA 4.23 - MICROGRAFIAS, POR SEM, OBTIDAS DA AMOSTRA DE CONCRETO DC2, APÓS 365 DIAS DE ENVELHECIMENTO EM LONGO PRAZO. EM (A) COM APROXIMAÇÃO DE 300 VEZES, EM (B) 1000 VEZES, EM (C) 1130 VEZES, E EM (D), 3000 VEZES



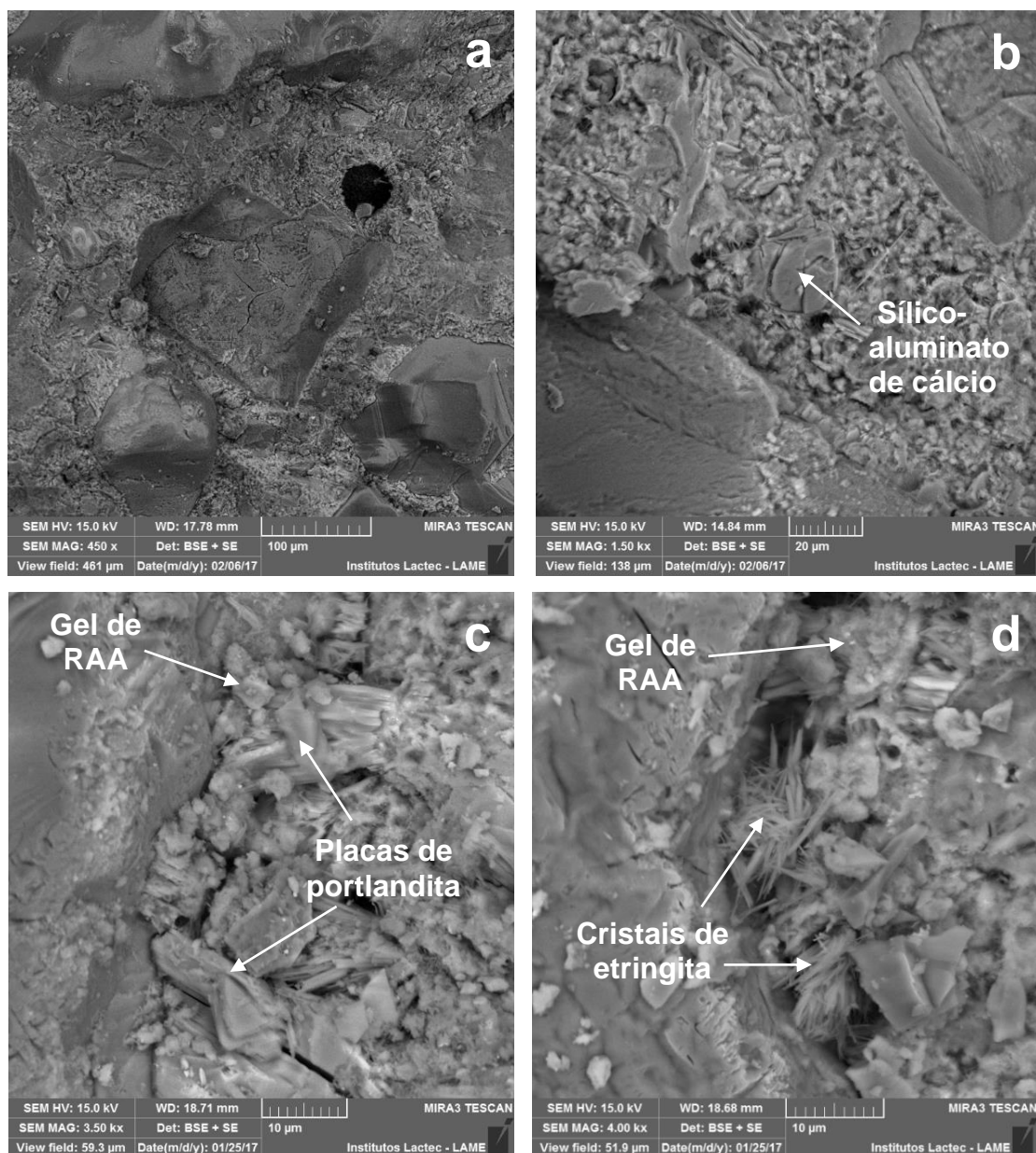
Fonte: A Autora (2017).

FIGURA 4.24 - MICROGRAFIAS, POR SEM, OBTIDAS DA AMOSTRA DE CONCRETO DC3, APÓS 365 DIAS DE ENVELHECIMENTO EM LONGO PRAZO. EM (A) COM APROXIMAÇÃO DE 450 VEZES, EM (B) 1300 VEZES, E EM (C), 1500 VEZES



Fonte: A Autora (2017).

FIGURA 4.25 - MICROGRAFIAS, POR SEM, OBTIDAS DA AMOSTRA DE CONCRETO DC4, APÓS 365 DIAS DE ENVELHECIMENTO EM LONGO PRAZO. EM (A) COM APROXIMAÇÃO DE 450 VEZES, EM (B) 1500 VEZES, EM (C) 3500 VEZES, E EM (D), 4000 VEZES



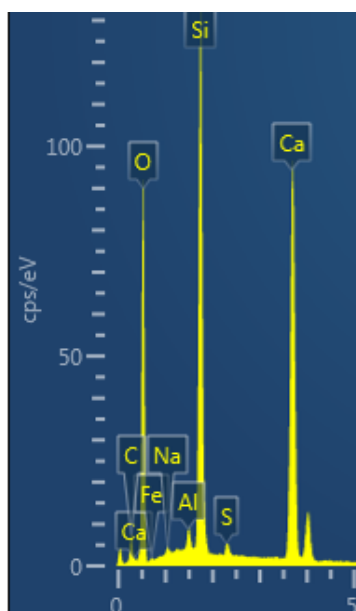
Fonte: A Autora (2017).

Com base nas micrografias obtidas (FIGURAS 4.22 a 4.25), a primeira constatação possível está relacionada com o uso do nano- Fe_3O_4 . Para os testemunhos de concreto em que foi utilizado 1% de adição, foi possível verificar uma matriz cimentícia com maior refinamento de poros, devido ao provável preenchimento destes pela nano-magnetita incorporada (FIGURAS 4.22(a), 4.23(a), 4.24(a) e 4.25(a)), além disso, para as dosagens de referência (DC1 e

DC3), não foram necessárias aproximações tão expressivas para que fosse possível a visualização de produtos de reação, ou até mesmo microfissuras, quando comparados com os concretos que possuíam nano- Fe_3O_4 . Outra observação, foi a quase ausência de microfissuras, uma vez que a quantidade de gel produzida pela RAA não foi suficiente para aumentar as tensões internas no interior do CP, o que, conseqüentemente, não promoveu expansões relativas. Até o término do ensaio, todo o gel formado pôde acumular-se nos poros e vazios dos concretos, de modo que não fosse evidenciada qualquer deterioração visível devido a ocorrência da RAA.

A presença do gel de RAA foi confirmada pela análise química elementar dos concretos ensaiados. Na (FIGURA 4.26), está representado o espectro de EDS característico de um gel potencialmente expansivo (com relação Ca/Si inferior a 1,5), conforme Prezzi et al. (1997), Hasparyk (1999) e Mehta e Monteiro (2008).

FIGURA 4.26 - ESPECTRO DE EDS CARACTERÍSTICO DE UM PRODUTO POTENCIALMENTE EXPANSIVO GERADO NA RAA – REFERENTE À FIGURA 4.23(B)



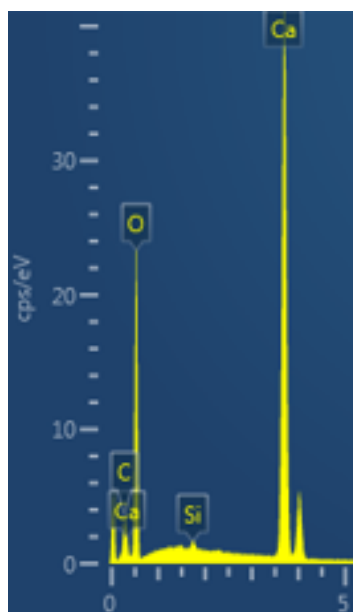
FONTE: A Autora (2017).

Independente do uso ou não, da nano-magnetita, foi possível encontrar gel de RAA em todos os concretos ensaiados, o que indica que este nanomaterial não foi capaz de mitigar a reação por completo. Apesar deste fato, a quantidade

de gel produzida nos CP's das dosagens DC2 e DC4 foi inferior, apontando que, diferente do observado nas argamassas (que atingiram a expansão máxima permitida por norma aos três dias de ensaio, independente da porcentagem de nano- Fe_3O_4 utilizado, o que pode estar relacionado com as cinéticas de reação, mais lenta para o desenvolvimento de uma matriz homogênea com a nano-adição em relação à formação de gel de RAA, no ensaio acelerado), o nanomaterial reagiu lentamente ao longo dos 365 dias de envelhecimento, e proporcionou uma morfologia mais homogênea nos concretos devido ao controle da formação de cristais de C-S-H (silicatos de cálcio hidratados), e da formação de C_4AF (ferro-aluminato de cálcio); que promoveu o “efeito filler” nestes materiais, diminuiu a percolação de água e diminuiu a hidratação do gel formado. Além disso, este composto pode reagir com a portlandita disponível, que por sua vez também é um produto capaz de se expandir, diminuindo a quantidade de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ lixiviada, e também pode adsorver na superfície dos agregados, o que irá dificultar eventuais reações destes com os álcalis disponíveis, devido a formação de um filme protetor. Mesmo que, até os 365 dias de ensaio, o nano- Fe_3O_4 não tenha mitigado a reação por completo, com base nas informações obtidas na avaliação microestrutural por meio da SEM, estima-se que, com a continuidade da exposição seriam observadas melhorias nas propriedades de concretos com 1% de adição.

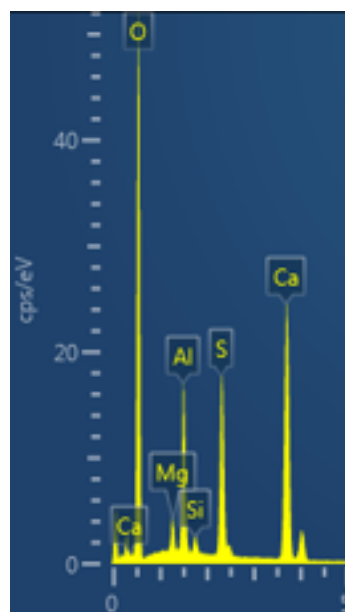
Ainda, nas (FIGURAS 4.22 a 4.25), também podem ser visualizadas algumas formações de placas de portlandita, e cristais de etringita. Nas (FIGURAS 4.27 e 4.28) estão representado os espectros de EDS característicos de um cristal de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ e de etringita, respectivamente.

FIGURA 4.27 - ESPECTRO DE EDS CARACTERÍSTICO DE UM CRISTAL DE PORTLANDITA – REFERENTE À FIGURA 4.22(C)



FONTE: A Autora (2017).

FIGURA 4.28 - ESPECTRO DE EDS CARACTERÍSTICO DE UM CRISTAL DE ETRINGITA – REFERENTE À FIGURA 4.22(D)

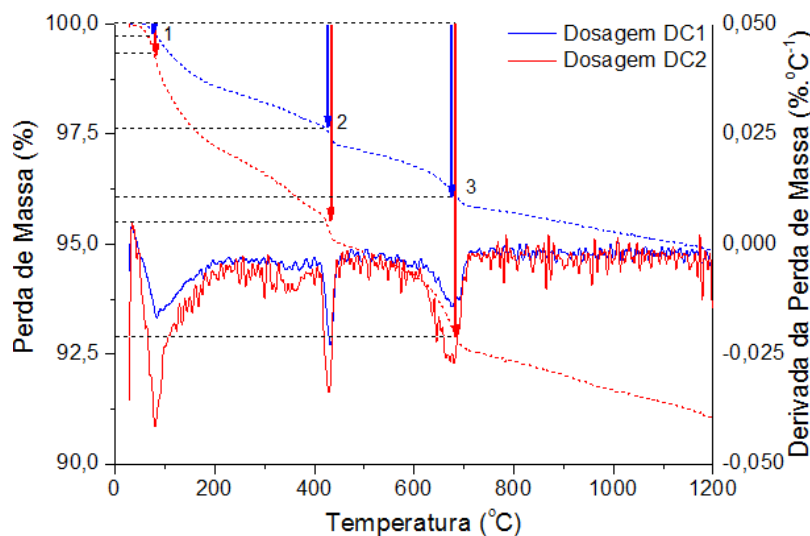


FONTE: A Autora (2017).

As portlanditas foram encontradas mais facilmente nas micrografias das dosagens DC2 e DC4, por estes possuírem mais disponibilidade de ferro no meio. Este, pode reagir com os aluminatos de cálcio (C_3A) no início da RAA, e gerar C_4AF , que por sua vez liberarão mais portlanditas no sistema. (TENÓRIO, 2003). Já as etringitas, evidenciadas em todos os concretos, são devido à presença de enxofre na composição dos agregados utilizados nas dosagens. Trata-se de um produto da degradação de concretos devido à exposição em meios contendo íons sulfato - que reagem com os compostos hidratados do cimento, e é formada devido à combinação de gipsita, e dos aluminatos hidratados de cálcio com o monossulfato hidratado. (PEREIRA, 2016).

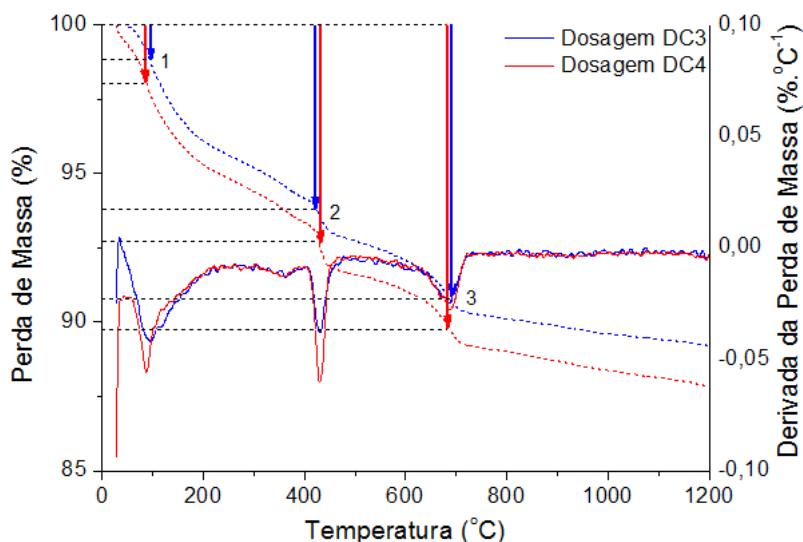
Para complementar as análises por SEM/EDS, também foram feitas análises térmicas por ATD/TG. Os resultados obtidos estão apresentados nas (FIGURAS 4.29 e 4.30), e foram interpretados com base nos trabalhos de Langille et al. (1991), Hasparyk (2005), Amin et al. (2013), e Bragança (2014).

FIGURA 4.29 - ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA DOS TESTEMUNHOS DE CONCRETO DAS DOSAGENS DC1 E DC2, REALIZADA APÓS 365 DIAS DE ENSAIO DE ENVELHECIMENTO EM LONGO PRAZO



FONTE: A Autora (2017).

FIGURA 4.30 - ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA DOS TESTEMUNHOS DE CONCRETO DAS DOSAGENS DC3 E DC4, REALIZADA APÓS 365 DIAS DE ENSAIO DE ENVELHECIMENTO EM LONGO PRAZO



FONTE: A Autora (2017).

De acordo com o apresentado nas (FIGURAS 4.29 e 4.30), as análises termogravimétricas dos concretos com e sem adição de nano- Fe_3O_4 (C4); além dos concretos com e sem a areia padrão do IPT, permitiram a observação de três processos distintos. O percentual de perda de massa para cada um destes processos, está detalhado na (TABELA 4.4).

TABELA 4.4 - PERDA DE MASSA VERIFICADA PARA AS DIFERENTES DOSAGENS, IDENTIFICADOS PELA ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA DOS CONCRETOS DC1 A DC4

Dosagem	Composição	Processo		
		1 (%)	2 (%)	3 (%)
DC1	Referência - agregado miúdo da pedreira + areia do IPT	0,3	2,6	3,8
DC2	Agregado miúdo da pedreira + areia do IPT + 1% de nano-Fe ₃ O ₄	0,7	4,7	7,1
DC3	Referência - agregado miúdo e graúdo da pedreira	1,4	6,6	9,2
DC4	Agregado miúdo e graúdo da pedreira + 1% de nano-Fe ₃ O ₄	2,3	7,4	10,3

FONTE: A Autora (2017).

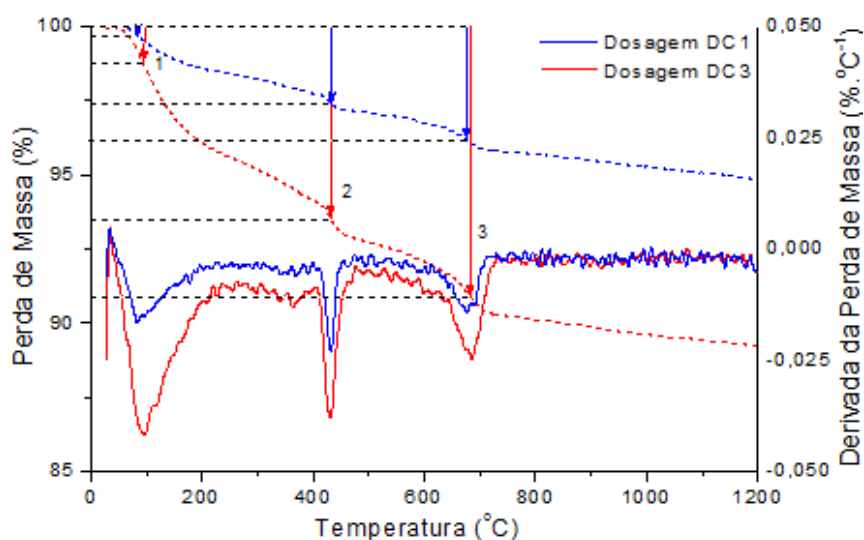
É possível, a partir das (FIGURAS 4.29 e 4.30), verificar que existem três reações principais que causaram a perda de massa das amostras durante seu aquecimento, independente das composições dos concretos; estas foram divididas em processo 1, 2 e 3. A primeira reação ocorreu em temperatura próxima dos 100 °C, a segunda em 430 °C e a terceira, próxima de 685 °C, todas explicitadas pelas curvas das derivadas da perda de massa, para cada um dos casos. Para todos os concretos, no processo 1, foi verificada a perda da água de hidratação do gel de RAA (HASPARYK, 2005), que corresponde, provavelmente, à evaporação de água livre e fisicamente adsorvida pelas ligações de hidrogênio do grupo silanol, até próximo dos 100°C. (LANGILLE et al. 1991). No processo 2, próximo de 430 °C, foi observada uma possível desidratação do C-S-H, a perda da água de cristalização do gel, e/ou possivelmente também, da portlandita gerada no decorrer das reações no interior destes materiais; e no processo 3 (próximo de 685 °C), observou-se a decomposição dos carbonatos de cálcio provenientes das reações da portlandita disponível, com o dióxido de carbono do meio ambiente, formando o CaCO₃. (BRAGANÇA, 2014).

Para ambas as figuras (FIGURAS 4.29 e 4.30), quando comparadas dentro de um mesmo grupo de dosagens (confrontando as dosagens com 1% de adição e sua correspondente referência – (DC1 e DC2); (DC3 e DC4)), foram observadas maiores perdas de massa nas que continham em sua composição, a adição de nano-magnetita. Neste caso, os decaimentos mais pronunciados se devem à ação do nano-Fe₃O₄, que durante o desenvolvimento do ensaio de ATD/TG, identificou a decomposição da água de cristalização dos C-S-H. Dessa forma, os decaimentos observados no processo 2, formaram mais grupamentos

C-S-H hidratados; o que não foi observado nas análises termogravimétricas dos concretos de referência. Além disso, a disponibilidade de portlandita no meio aumentou devido à presença de nano-magnetita, conforme já comentado, que por sua vez reagiu com os grupamentos C_3A no início do processo de deterioração dos concretos, e formou grupamentos de C_4AF , que, liberaram mais $Ca(OH)_2$ para reagir no sistema. Ainda, é possível que tenham ocorrido formações de hidratos nos concretos com nanoadição, justificadas pela característica de promoção de reações posteriores de hidratação do nano- Fe_3O_4 , conforme detalhado por Amin et al. (2013).

Para avaliar a influência do agregado miúdo da pedreira no desenvolvimento da RAA, foi feita uma comparação entre os dois concretos de referência dosados (DC1 e DC3). O comparativo está ilustrado na (FIGURA 4.31).

FIGURA 4.31 - ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA DOS TESTEMUNHOS DE CONCRETO DAS DOSAGENS DE REFERÊNCIA DC1 E DC3, REALIZADA APÓS 365 DIAS DE ENSAIO DE ENVELHECIMENTO EM LONGO PRAZO



FONTE: A Autora (2017).

Os comportamentos obtidos para as duas curvas de decaimento diferencial das massas (FIGURA 4.31), demonstraram que as maiores perdas ocorreram na dosagem DC3, ou seja, naquela onde foi feito somente o uso de agregados reativos; o que corrobora com os comportamentos expansivos e mássicos dos concretos em que não foi usada a areia padrão do IPT (DC3 e DC4), já discutidos na seção 4.4.1. Como houve maior perda de massa há um indicativo de que nesse concreto houve uma formação de gel mais acentuada do que no

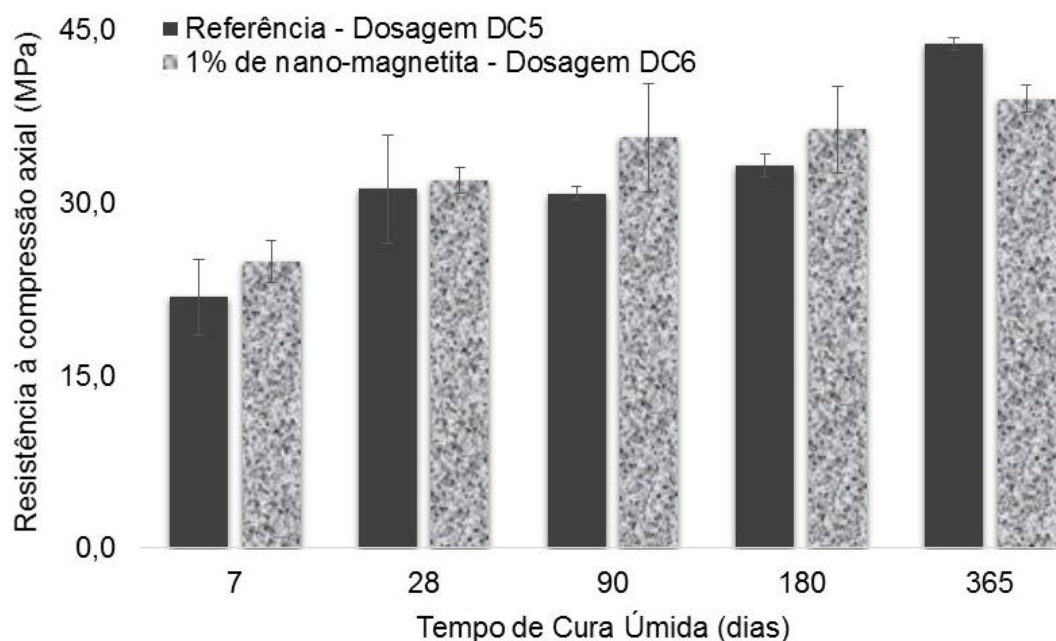
concreto DC1, comprovando que o uso do agregado miúdo da pedreira pôde influenciar no desenvolvimento da RAA no interior dos materiais estudados.

Estas análises nos concretos envelhecidos, em longo prazo, contribuíram com a conclusão de que houve a ação do nano- Fe_3O_4 incorporado com o passar do tempo; e de que realmente ocorreu a formação de produtos decorrentes da RAA. Mesmo que o ensaio preconizado pela NBR 15577-6 (ABNT, 2008), não tenha evidenciado reatividade potencial nos agregados utilizados, até os 365 dias de estudo, houve a manifestação da RAA nestes materiais, e esta foi identificada por avaliação da variação de massa, logo nos primeiros 07 dias de ensaio. Como o gel formado tende, inicialmente, a acumular-se nos poros e vazios, a expansão dos prismas pode ocorrer apenas para idades bem mais avançadas, muito embora já haja formação inicial de produtos expansivos; estes, indicados pela variação de massa, e comprovados pela análise morfológica, e química elementar; e pela decomposição dos produtos com o aumento da temperatura, pela análise termogravimétrica. Devido a este fato, ficou claro que o uso da técnica de monitoramento periódico das massas dos corpos-de prova, em associação ao acompanhamento das expansões pode facilitar a identificação anterior destas manifestações patológicas, de forma bastante simples e rápida.

4.4.3 Propriedades mecânicas e físicas dos concretos de referência, e com 1% de nano-magnetita

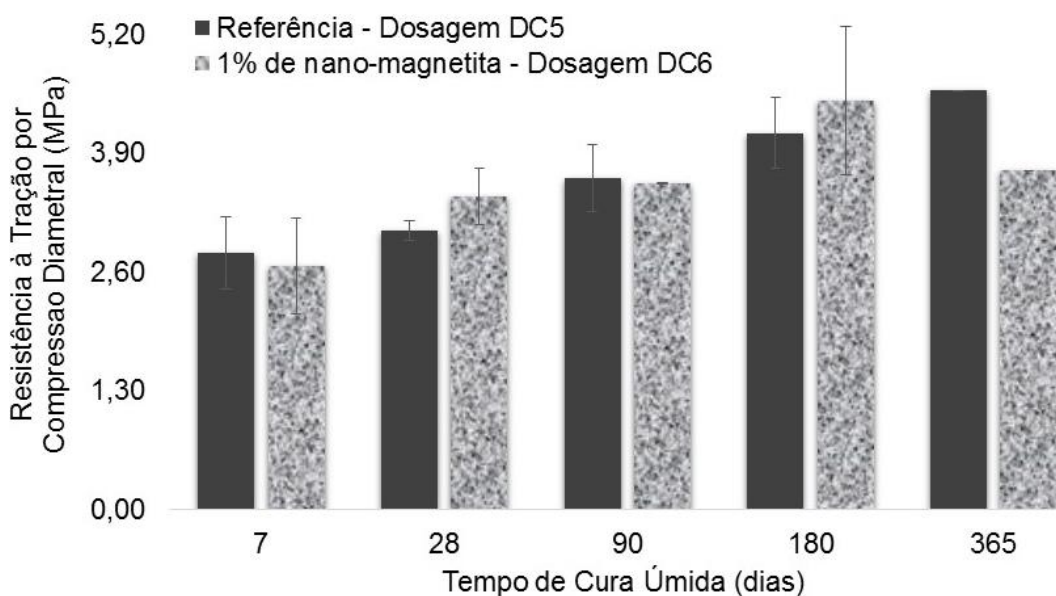
Os resultados obtidos para a resistência à compressão axial, o módulo de elasticidade, a resistência à tração por compressão diametral, a absorção de água, e o índice de vazios dos concretos com e sem a adição nanométrica, estão apresentados nas (FIGURAS 4.32 a 4.36).

FIGURA 4.32 - RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO AXIAL MÉDIA DOS CONCRETOS COM E SEM NANO- Fe_3O_4 . ENSAIOS REALIZADOS APÓS CURA ÚMIDA, PARA AS IDADES DE 7, 28, 90, 180 E 365 DIAS. BARRAS DE ERRO INSERIDAS PARA CADA PONTO, EM RELAÇÃO AO DESVIO PADRÃO OBTIDO PARA OS RESULTADOS DOS DIFERENTES CP'S ANALISADOS (2 CP'S POR IDADE)



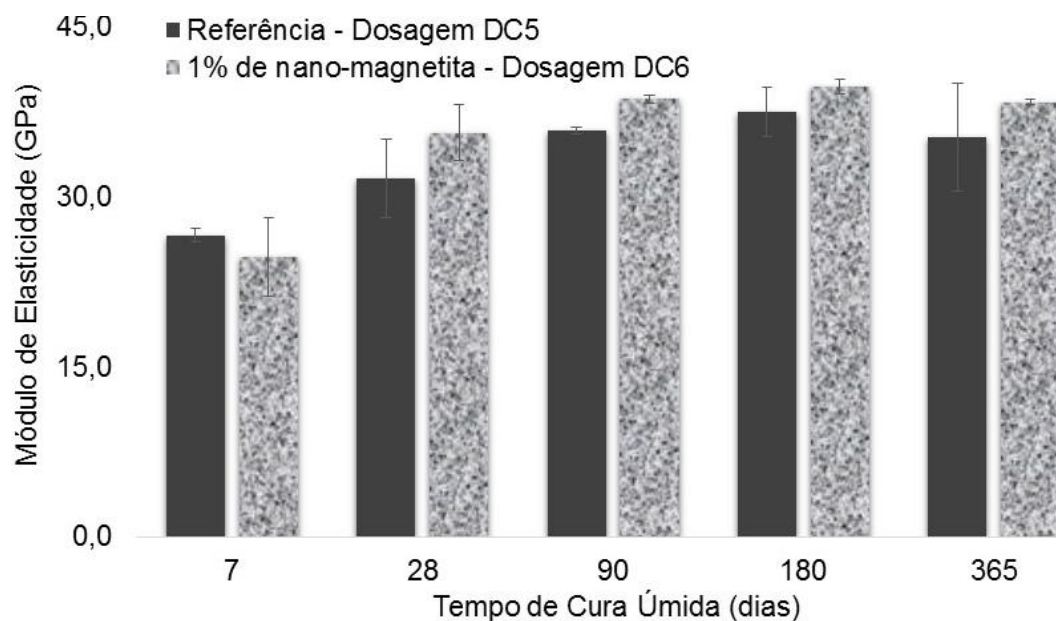
FONTE: A Autora (2016).

FIGURA 4.33 - RESISTÊNCIA À TRAÇÃO POR COMPRESSÃO DIAMETRAL MÉDIA, DOS CONCRETOS COM E SEM NANO- Fe_3O_4 . ENSAIOS REALIZADOS APÓS CURA ÚMIDA, PARA AS IDADES DE 7, 28, 90, 180 E 365 DIAS. BARRAS DE ERRO INSERIDAS PARA CADA PONTO, EM RELAÇÃO AO DESVIO PADRÃO OBTIDO PARA OS RESULTADOS DOS DIFERENTES CP'S ANALISADOS (2 CP'S POR IDADE)



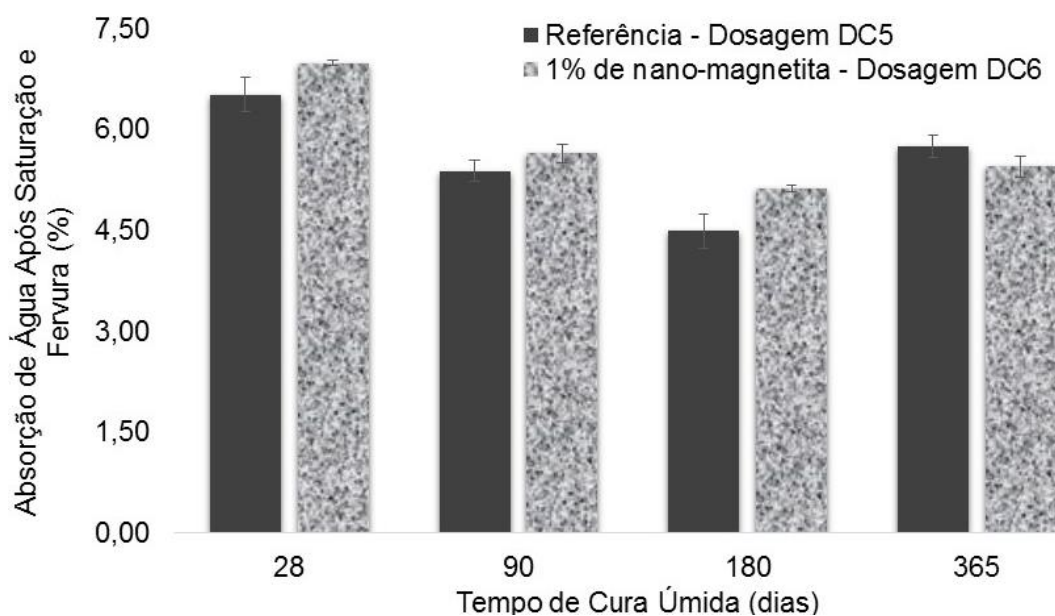
FONTE: A Autora (2016).

FIGURA 4.34 - MÓDULO DE ELASTICIDADE MÉDIO, DOS CONCRETOS COM E SEM NANO- Fe_3O_4 . ENSAIOS REALIZADOS APÓS CURA ÚMIDA, PARA AS IDADES DE 7, 28, 90, 180 E 365 DIAS. BARRAS DE ERRO INSERIDAS PARA CADA PONTO, EM RELAÇÃO AO DESVIO PADRÃO OBTIDO PARA OS RESULTADOS DOS DIFERENTES CP'S ANALISADOS (2 CP'S POR IDADE)



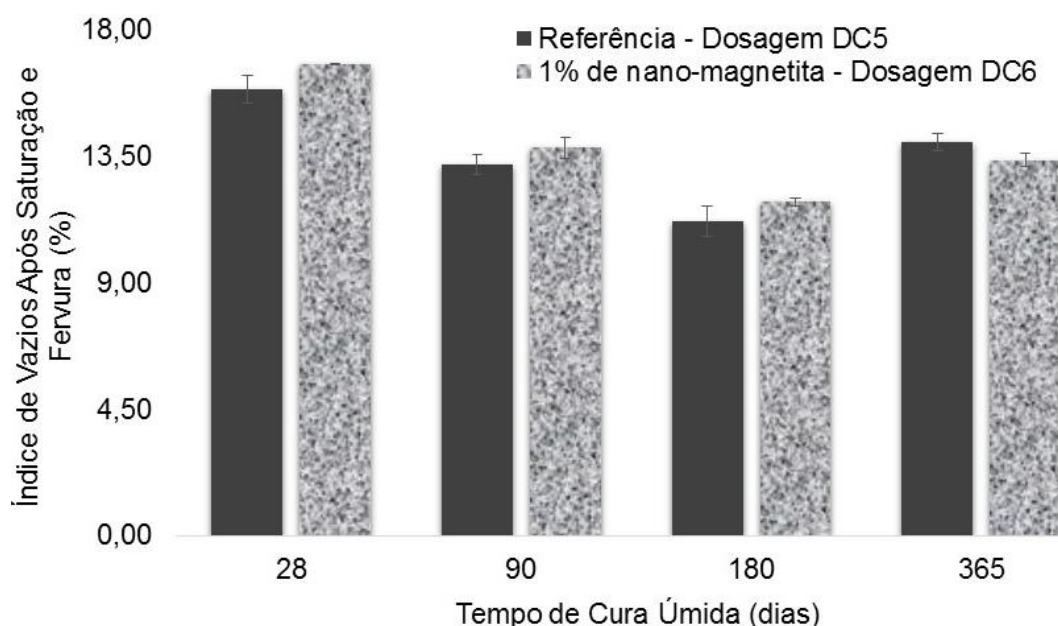
FONTE: A Autora (2016).

FIGURA 4.35 - ABSORÇÃO DE ÁGUA MÉDIA APÓS SATURAÇÃO E FERVURA, DOS CONCRETOS COM E SEM NANO- Fe_3O_4 . ENSAIOS REALIZADOS APÓS CURA ÚMIDA, PARA AS IDADES DE 28, 90, 180 E 365 DIAS. BARRAS DE ERRO INSERIDAS PARA CADA PONTO, EM RELAÇÃO AO DESVIO PADRÃO OBTIDO PARA OS RESULTADOS DOS DIFERENTES CP'S ANALISADOS (2 CP'S POR IDADE)



FONTE: A Autora (2016).

FIGURA 4.36 - ÍNDICE DE VAZIOS MÉDIO APÓS SATURAÇÃO E FERVURA, DO CONCRETO COM E SEM NANO- Fe_3O_4 . ENSAIOS REALIZADOS APÓS CURA ÚMIDA, PARA AS IDADES DE 28, 90, 180 E 365 DIAS



FONTE: A Autora (2016).

Conforme pode ser verificado nas (FIGURAS 4.32 a 4.36), de modo geral, os resultados obtidos para a resistência à compressão axial, resistência à tração por compressão diametral, módulo de elasticidade, absorção de água, e o índice de vazios dos concretos de referência e com a utilização de nano- Fe_3O_4 , estão condizentes com os critérios estabelecidos nas normas específicas de cada ensaio (NBR 5739 (ABNT, 2007); NBR 7222 (ABNT, 2011); NBR 8522 (ABNT, 2008); e NBR 9778 (ABNT, 2005); respectivamente), para um concreto convencional.

Para a análise da resistência à compressão axial, até a finalização do ensaio, foi verificada a tendência de aumento desta propriedade para ambos os concretos. Até os 180 dias de idade, foi observado um melhor desempenho para os concretos que continham 1% de nano- Fe_3O_4 – dosagem DC6 (com resistência média 10% superior, em relação ao concreto da dosagem de referência na mesma idade). Já, aos 365 dias, foi possível verificar que o concreto de referência – dosagem DC5, passou a apresentar uma resistência à compressão axial média 11% superior. Ainda, outra observação possível, foi de que ao término do ensaio, o concreto de referência apresentou um aumento abrupto da resistência, diferente da tendência observada para este mesmo concreto, aos 180 dias (aumento da

resistência em aproximadamente 32%) (FIGURA 4.32). A explicação desta diferença, principalmente após as análises por SEM/EDS e ATD/TG, se deve, principalmente, à maior formação de gel de RAA nestes materiais. Até os 365 dias de ensaio não foram verificadas expansões relativas em qualquer um dos prismas, no entanto, observou-se que há mais gel nos concretos sem a nano-adição, indicando que a partir desta idade, a nano-magnetita pode estar começando a agir como um potencial mitigador da RAA. Este gel, pôde se acumular nos vazios destes materiais, permitindo que a matriz se tornasse mais homogênea e compacta, e durante o ensaio, pôde absorver mais a energia que foi dissipada pela prensa hidráulica; o que permitiu que esta propriedade mecânica, para estes concretos com 1 ano de idade, apresentasse um resultado melhor que o dos prismas com nano- Fe_3O_4 . Para estes materiais, a mesma tendência de aumento das propriedades, e característica do comportamento até o fim do ensaio, foi verificada para a avaliação da resistência à tração por compressão diametral. Até os 180 dias de idade, o concreto DC6 apresentou uma resistência à tração por compressão diametral 9% superior ao concreto de referência; já, aos 365 dias, o desempenho do concreto da dosagem DC5 foi cerca de 19% maior. A mesma tendência de comportamento observada ao término da avaliação da resistência à compressão axial foi identificada neste ensaio, pois os melhores resultados foram obtidos nos concretos de referência. Estes apresentaram um ganho médio de aproximadamente 11%, quando comparado com o obtido aos 180 dias, indicando que a formação de gel também colaborou na melhoria deste resultado para estes prismas; entretanto, para este estudo, o aumento observado na (FIGURA 4.33), não foi tão acentuado.

Quanto ao estudo do módulo de elasticidade, observou-se a constância dos resultados, independente de possuírem adição ou não. Até os 365 dias de ensaio, os melhores resultados foram observados no concreto DC6, que apresentou um resultado médio 9% superior ao do concreto de referência. Apesar de a barra de erro do concreto DC5 aos 365 dias indicar que o módulo médio pode ter se comportado conforme a tendência (FIGURA 4.34), não se pode deixar de notar que, um dos CP's ensaiados apresentou um módulo menor do que o esperado, o que fez com que a barra deste concreto apresentasse um desvio de comportamento (um declínio de aproximadamente 6%), em relação ao resultado obtido para este mesmo concreto aos 180 dias. Este declínio corrobora com a

hipótese discutida no ensaio de determinação da resistência à compressão axial; indicando que, na dosagem DC6, aos 365 dias, já seja possível observar indícios da ação do nano- Fe_3O_4 . Como houve menor formação de gel, houve menos perda do módulo de elasticidade para esta dosagem.

Além do comparativo direto possibilitado pelos gráficos das (FIGURAS 4.32 a 4.34), os comportamentos observados nas três propriedades mecânicas avaliadas, foram analisados estatisticamente pelo Teste de Tukey (comparativo entre os resultados obtidos para os concretos de referência, e os que continham 1% de adição), e não foram considerados significativos para um intervalo de confiança de 95%.

No que se refere às propriedades de absorção de água e da verificação do índice de vazios dos concretos dosados, foi possível perceber que, assim como nos ensaios mecânicos, o material de referência apresentou resultados melhores do que os que continham adição até 180 dias (12% menos absorção e 5% menos índice de vazios); e aos 365 dias, os melhores resultados foram obtidos dos concretos com nano-magnetita (5% menos absorção e índice de vazios). Ainda, até o término do estudo, houveram decréscimos nos resultados destas propriedades até os 180 dias de ensaio; e aos 365 dias, foram observados percentuais maiores de absorção e vazios para ambas as dosagens. Estas mudanças de comportamento conforme os concretos foram envelhecendo, ocorreram, provavelmente, porque nas primeiras idades (até 90 dias, aproximadamente), houve a absorção de água pelo clínquer do cimento, que por sua vez, apresenta caráter hidrofílico. Depois desses mecanismos se equilibrarem, possivelmente, o clínquer cessou a absorção de água do meio, cristais foram formados, e houve a retração destes (retração esta, evidenciada nos ensaios de avaliação da reatividade, por meio do ensaio de envelhecimento em longo prazo). Como os CP's cilíndricos já estavam moldados, a retração dos compostos de hidratação fez com que houvesse o aumento do índice de vazios no interior destes concretos, o que conseqüentemente (a partir de 180 dias), aumentou a porcentagem de absorção de água. Conforme Thomaz, é possível que a retração interna de um concreto, aumente seu volume em até 6%.

Além desta discussão em relação à diminuição do volume dos materiais hidratados, vale mencionar que o próprio método de ensaio utilizado pode ter influenciado nos resultados obtidos aos 365 dias, uma vez que, os CP's foram

saturados em água e em seguida foram fervidos. Até os 180 dias, provavelmente não havia muito gel de RAA formado no interior desses concretos, mas aos 365 dias, mais produtos de reação estavam disponíveis, e com a fervura, estes foram consumidos (o ensaio de ATD/TG, comprovou que próximo de 100 °C, o gel de RAA se decompõe). Dessa forma, vale se atentar ao fato de que este ensaio pode não ser o mais apropriado quando se avaliam concretos com esta manifestação patológica. Novamente, a variação nos resultados dos ensaios foi analisada estatisticamente pelo Teste de Tukey, e não foram consideradas significativas para um intervalo de confiança de 95%.

De maneira geral, os resultados obtidos para os CP's de concreto com e sem a adição de nano- Fe_3O_4 , expressaram parâmetros condizentes com os critérios estabelecidos nas normas específicas de cada ensaio para um concreto convencional, e por esse motivo, podem ser utilizados em concretos para auxiliar na mitigação da RAA, sem que haja prejuízo das características físicas e mecânicas do mesmo. Além disso, a dosagem com 1% de nano-magnetita apresentou indícios de que a nano-adição começou a reagir, apesar da cinética lenta de reação. Com mais tempo de estudo, se a mesma tendência for mantida, espera-se que sejam observadas melhorias nas propriedades físicas e mecânicas de concretos com este nanomaterial.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

As observações individuais e comparativas obtidas no estudo da influência da incorporação de nano-Fe₃O₄ na reatividade de agregados em argamassas e concretos de cimento Portland permitiram listar as seguintes considerações:

- Para as argamassas
 - a Com relação à RAA, frente ao uso da adição de nano-magnetita, não houve contribuição no que se refere à mitigação da reação. Em todas as dosagens o agregado permaneceu reativo, independente do percentual de adição adotado. Na dosagem em que foi feita a adição de 1% de nano-Fe₃O₄ (dosagem DA2), a expansão média verificada foi (0,40 ± 0,01)% maior do que a expansão média de referência (dosagem DA1); para a dosagem com 2% de adição (dosagem DA3), a expansão média foi (0,80 ± 0,02)% maior; e somente na dosagem com 5% de nanomaterial (dosagem DA4), foi observado um decréscimo na expansão média: (11,00 ± 0,01)% inferior.
 - b No que se refere ao estudo da variação mássica das barras de argamassa quando avaliadas perante a RAA, houve o aumento das massas destas para ambas as dosagens (DA5 e DA6 – dosagem de referência e dosagem com 5% de adição para o estudo de massa, respectivamente), até os primeiros 14 dias de ensaio; a partir desta idade, as variações tornaram-se menores. Além disso, foi possível observar que as expansões mais evidentes aconteceram no mesmo período em que ocorreram as variações mais pronunciadas de massa (próximas aos 7 dias de ensaio), sugerindo que existe uma relação entre o comportamento das expansões e a variação mássica das amostras ensaiadas. No caso das argamassas, onde o efeito de porosidade foi desprezível, foi verificada uma relação entre a expansão das barras e a variação de massa, o que comprovou a eficiência da técnica na medição dos produtos formados, a despeito da saturação das barras. Dessa forma, os resultados desta análise permitiram comprovar que o

monitoramento da variação mássica em CP's de argamassa de cimento Portland sujeitos a RAA pode ser utilizado, de forma complementar à metodologia normativa de avaliação da reatividade potencial pelo método de envelhecimento acelerado.

- Para os concretos
 - a Para os estudos de avaliação da reatividade conforme a NBR 15577-6 (ABNT, 2008), o monitoramento da expansão dos prismas de concreto, em todas as dosagens, não apresentou qualquer acréscimo de valor. Ao contrário disso, o que ocorreu foi a retração dos CP's avaliados; mesmo aqueles em que houve uso da adição de nano- Fe_3O_4 . Foi possível perceber uma retração maior nos prismas das dosagens em que foi utilizada a areia normal padrão (DC1 e DC2), já, o comportamento expansivo verificado nas dosagens DC3 e DC4 permitiu inferir que a areia da pedreira realmente pôde influenciar no desenvolvimento da reação no interior dos prismas. Mesmo com as expansões não atingindo o limite máximo permitido por norma, houve a formação do gel de RAA no interior destes concretos devido à mínima variação dimensional observada para estas amostras. Como houve pouco ou nenhum encolhimento dos prismas, a presença de gel nos poros destes pode ter compensado o retraimento não observado, o que por sua vez manteve o volume das amostras praticamente constante durante todo o ensaio, mesmo não havendo a manifestação visível da RAA nestas dosagens.
 - b Com relação ao monitoramento de massa, no caso dos concretos, o aumento observado, mesmo sem que fosse constatada a expansão dos prismas, também está relacionado com a ocorrência de RAA no interior destes. Apesar da ausência de expansão, houve a formação e o acúmulo de subprodutos da reação nos poros e vazios do material, o que até o término do ensaio, não afetou a variação dimensional das amostras. A conclusão obtida, foi de que o método pode ser utilizado como uma ferramenta para avaliar a formação de produtos de reação em sua fase inicial, mesmo na fase em que ainda não sejam constatadas deteriorações visuais.

- c Na análise morfológica e química elementar dos prismas, após o ensaio de envelhecimento, foi comprovado que independente ou não, do uso da nano-magnetita, foi possível encontrar gel de RAA em todos os concretos ensaiados, o que indica que o percentual adotado de nano- Fe_3O_4 não foi capaz de mitigar, por completo, a reação. Apesar deste fato, o gel produzido nos CP's das dosagens DC2 e DC4 foi inferior, apontando que, diferente do observado nas argamassas, a nano-adição reagiu lentamente ao longo dos 365 dias de envelhecimento, apesar de se tratar de um material de alta cristalinidade; e proporcionou uma morfologia mais homogênea nos concretos, possivelmente devido à formação de C_4AF . Mesmo que, até os 365 dias de ensaio, o nano- Fe_3O_4 não tenha mitigado a RAA por completo, com base nas informações obtidas na avaliação microestrutural por meio da SEM, estima-se que com mais tempo de ensaio, sejam observadas melhorias nas propriedades de concretos com 1% de adição.
- d No estudo da decomposição térmica por meio do ensaio de ATD/TG, foi possível identificar para todos os concretos, 3 processos distintos. No processo 1 (próximo de 100 °C), foi verificada a perda da água de hidratação do gel de RAA, que corresponde à evaporação de água livre e fisicamente adsorvida pelas ligações de hidrogênio do grupo silanol. No processo 2, próximo de 430 °C, foi observada uma possível desidratação do C-S-H, a perda da água de cristalização do gel, e/ou possivelmente também, da portlandita gerada no decorrer das reações no interior destes materiais; e no processo 3 (próximo de 685 °C), observou-se a decomposição dos carbonatos de cálcio provenientes das reações da portlandita disponível, com o dióxido de carbono do meio ambiente.
- e No que se refere à avaliação das propriedades físicas e mecânicas dos concretos dosados com 1% de nano-magnetita, os resultados obtidos indicaram a possível ação do nano- Fe_3O_4 , além disso, para ambas as dosagens, expressaram parâmetros condizentes com os critérios estabelecidos nas normas específicas para cada ensaio, para um concreto convencional.

6 CONCLUSÕES

Este trabalho permitiu estudar a adição da nano-magnetita em teores de 1 a 5% em substituição parcial ao cimento, na moldagem de barras de argamassa e prismas de concreto contendo agregados potencialmente reativos, a fim de avaliar a influência deste nanomaterial em meio cimentício, como um potencial mitigador da RAA. Deste propósito principal, foi possível concluir que o nano- Fe_3O_4 pôde auxiliar na diminuição da formação de produtos expansivos devido à RAA.

Para que esta conclusão fosse possível, alguns objetivos específicos precisaram ser cumpridos. Primeiramente, foi feita uma caracterização completa de todos os materiais que foram utilizados no estudo, com o propósito de conhecer especificidades de cada um. Para esta etapa do trabalho, foram utilizados ensaios normativos, e ensaios laboratoriais, e para todos os materiais estudados, foram obtidos resultados condizentes com as recomendações. Especificamente para agregados, os resultados permitiram concluir de antemão, que se tratava de um material com reatividade potencial.

No que se refere ao estudo da reatividade por meio do monitoramento da expansão, foram feitos ensaios em argamassas e em concretos, utilizando diferentes teores de nano- Fe_3O_4 . Em argamassas, não foi possível identificar qualquer ação desta nano-adição, muito provavelmente devido à cinética de reação envolvida no método de ensaio acelerado, que se sobrepôs à da reação do nanomaterial (que apresenta características de um material cristalino), com os compostos do meio cimentício. Nos concretos, onde o método de ensaio é menos agressivo, e associando a este método, o monitoramento das massas dos prismas ensaiados; foi possível verificar indícios de que o nano- Fe_3O_4 começou a apresentar algum efeito mitigador da RAA; este, comprovado pelas micrografias e pela análise química elementar dos concretos estudados, obtidas por SEM/EDS; e pela observação das curvas de decomposição termogravimétricas dos compostos dos concretos, pelo ensaio de ATD/TG. Tanto para argamassas, quanto para concretos, foi possível observar uma relação entre as expansões experimentadas, e o aumento de massa dos CP's estudados, indicando que esta metodologia pode auxiliar na identificação da formação de produtos de reação em sua fase incipiente, principalmente em concretos; onde expansões não foram

observadas até o término do ensaio, enquanto que as massas foram aumentando.

Por fim, quanto aos ensaios mecânicos e físicos dos concretos dosados, de maneira geral, os resultados obtidos expressaram parâmetros condizentes com os critérios estabelecidos nas normas específicas de cada ensaio, tanto para os concretos de referência, quanto para os que continham 1% de nano-Fe₃O₄. Aos 365 dias de idade, foi identificada uma possível ação deste óxido nanométrico, uma vez que as propriedades do concreto de referência passaram a apresentar comportamento diferente do observado para os CP's com 1% de adição, devido às diferentes quantidades de gel de RAA que foram formados nestes materiais.

O uso de adições em concretos suscetíveis à RAA têm sido apontados como uma alternativa eficiente para prevenir a reação expansiva, pois, a mitigação dos efeitos nocivos desta manifestação patológica em estruturas de grande porte, reduzem a necessidade de manutenção e intervenção, além de estender seu tempo de vida útil. Quando comparado ao investimento inicial realizado na construção de grandes estruturas, o uso de técnicas de prevenção de efeitos deletérios pode viabilizar economia para o setor da construção civil.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

As sugestões para trabalhos futuros, visando dar continuidade a presente pesquisa, são:

- viabilizar a síntese do nano-Fe₃O₄ com menor grau de cristalinidade, visando melhorar a cinética de reação. Com o material apresentando propriedades amorfas, espera-se que o mesmo reaja mais rapidamente; assim, haverá uma menor formação de gel de RAA, ou até mesmo, sua mitigação;
- fazer um estudo cinético detalhado das reações da nano-magnetita cristalina em meios cimentícios, e da RAA (reações de degradação que ocorrem nas argamassas e nos concretos), por meio, por exemplo, da técnica de espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios X (XPS); pois se as reações com o nanomaterial tiverem início somente depois que a RAA começar a se manifestar, este não será útil na mitigação (no caso das argamassas, aos 3 dias de ensaio, o agregado já apresenta reatividade potencial; já nos concretos a cinética é diferente pois o mesmo não está exposto em uma solução agressiva, e possui uma matriz com mais poros);
- tentar relacionar o comportamento expansivo verificado nos concretos e nas argamassas, para observar se há diferença nos materiais que possuem a adição em sua composição;
- associar o uso de materiais pozolânicos com a nano-magnetita, para serem utilizados como uma adição mitigadora da RAA. Neste caso, a pozolana agiria como mitigador da reação, enquanto que o nano-Fe₃O₄ conferiria a melhora da matriz do material, uma vez que este promove o refinamento de poros;
- e, estudar a viabilidade do nano-Fe₃O₄ como material de reparo em estruturas de concreto que já estejam com o dano instalado.

REFERÊNCIAS

- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, ABNT. (1997). NBR 11578:1991. *Cimento Portland composto - Especificação*. Brasil.
- _____. ABNT. (1997). NBR 7215:1997. *Cimento Portland - Determinação da resistência à compressão*. Brasil.
- _____. ABNT. (2001). NBR 14656:2001. *Cimento Portland e matérias-primas - Análise química por espectrometria de raios X - Método de ensaio*. Brasil.
- _____. ABNT. (2001). NBR NM 23:2001. *Cimento Portland e outros materiais em pó - Determinação da massa específica*. Brasil.
- _____. ABNT. (2001). NBR NM 30:2001. *Agregado miúdo - Determinação da absorção de água*. Brasil.
- _____. ABNT. (2003). NBR NM 248:2003. *Agregados - Determinação da composição granulométrica*. Brasil.
- _____. ABNT. (2003). NBR NM 43:2003. *Cimento Portland - Determinação da pasta de consistência normal*. Brasil.
- _____. ABNT. (2003). NBR NM 46:2003. *Agregados - Determinação do material fino que passa através da peneira 75 μ m, por lavagem*. Brasil.
- _____. ABNT. (2003). NBR NM 65:2003. *Cimento Portland - Determinação do tempo de pega*. Brasil.
- _____. ABNT. (2005). NBR 9778:2005. *Argamassa e concreto endurecidos - Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica*. Brasil.
- _____. ABNT. (2006). NBR NM 45:2006. *Agregados - Determinação da massa unitária e do volume de vazios*. Brasil.
- _____. ABNT. (2007). NBR 5739:2007. *Concreto - Ensaio de compressão de corpos-de-prova cilíndricos*. Brasil.
- _____. ABNT. (2008). NBR 7809:2008. *Agregado graúdo - Determinação do índice de forma pelo método do paquímetro - Método de ensaio*. Brasil.
- _____. ABNT. (2008). NBR 8522:2008. *Concreto - Determinação do módulo estático de elasticidade à compressão*. Brasil.
- _____. ABNT. (2008). NBR 15577-1:2008. *Agregados - Reatividade álcali-agregado Parte 1: Guia para avaliação da reatividade potencial e medidas preventivas para uso de agregados em concreto*. Brasil.

- _____. ABNT. (2008). NBR 15577-3:2008. *Agregados - Reatividade álcali-agregado Parte 3: Análise petrográfica para verificação da potencialidade reativa de agregados em presença de álcalis do concreto*. Brasil.
- _____. ABNT. (2008). NBR 15577-5:2008. *Agregados - Reatividade álcali-agregado Parte 5: Determinação da mitigação da expansão em barras de argamassa pelo método acelerado*. Brasil.
- _____. ABNT. (2008). NBR 15577-6:2008. *Agregados - Reatividade álcali-agregado Parte 6: Determinação da expansão em prismas de concreto*. Brasil.
- _____. ABNT. (2009). NBR 7389-1:2009. *Agregados - Análise petrográfica de agregado para concreto Parte 1: Agregado miúdo*. Brasil.
- _____. ABNT. (2009). NBR 7389-2:2009. *Agregados - Análise petrográfica de agregado para concreto Parte 2: Agregado graúdo*. Brasil.
- _____. ABNT. (2009). NBR NM 52:2009. *Agregado miúdo - Determinação da massa específica e massa específica aparente*. Brasil.
- _____. ABNT. (2009). NBR NM 53:2009. *Agregado graúdo - Determinação da massa específica, massa específica aparente e absorção de água*. Brasil.
- _____. ABNT. (2011). NBR 7222:2011. *Concreto e argamassa - Determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos de prova cilíndricos*. Brasil.
- _____. ABNT. (2012). NBR 11579:2012. *Cimento Portland - Determinação do índice de finura por meio da peneira 75 μ m (nº 200)*. Brasil.
- _____. ABNT. (2012). NBR 11582:2012. *Cimento Portland - Determinação da expansibilidade Le Chatelier*. Brasil.
- _____. ABNT. (2012). NBR NM 12:2012. *Cimento Portland - Análise química - Determinação de óxido de cálcio livre*. Brasil.
- _____. ABNT. (2012). NBR NM 15:2012. *Cimento Portland - Análise química - Determinação de resíduo insolúvel*. Brasil.
- _____. ABNT. (2012). NBR NM 18:2012. *Cimento Portland - Análise química - Determinação de perda ao fogo*. Brasil.
- _____. ABNT. (2014). NBR 12826:2014. *Cimento Portland e outros materiais em pó - Determinação do índice de finura por meio de peneirador aerodinâmico*. Brasil.
- _____. ABNT. (2015). NBR 5738:2015. *Concreto - procedimento para moldagem e cura de corpos de prova*. Brasil.

- _____. ABNT. (2015). NBR 16372:2015. *Cimento Portland e outros materiais em pó - Determinação da finura pelo método de permeabilidade ao ar (método de Blaine)*. Brasil.
- ACI COMMITTEE 221, ACI 221.1R-98. *State-of-the-Art Report on Alkali-Aggregate Reactivity*. American Concrete Institute, Michigan.
- AMIN, M.S., EL-GAMAL, S.M., HASHEM, F.S. (2013). *Effect of addition of nanomagnetite on the hydration characteristics of hardened Portland cement and high slag cement pastes*. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 112, pp. 1253-1259.
- ANDRADE, W.P. (1997). *Concretos massa, estrutural, projetado e compactado com rolo: ensaios e propriedades*. São Paulo: Pini.
- ASTM. (2007). ASTM C289:2007. *Standard test method for potential alkali-silica reactivity of aggregates (simple chemical method)*. Estados Unidos: ASTM International.
- AZEVEDO, A.F.F.L.C. (2002). *Betões de elevado desempenho com incorporação de cinzas volantes*. Tese (Doutorado), Universidade do Minho, Escola de Engenharia, Guimarães - Portugal. 456 p.
- BAPTISTA, A.S., HÖEHR, G.T., DAL MOLIN, D.C.C. (2013). *Avaliação da reação álcali-agregado da areia natural da região metropolitana de Porto Alegre, Brasil, e do uso de sílica ativa*. *Anais do IX congresso internacional sobre patologia e recuperação de estruturas, CINPAR 2013*.
- BARBHUIYA, S., MUKHERJEE, S., NIKRAZ, H. (2014). *Effects of nano- Al_2O_3 on early-age microstructural properties of cement paste*. *Construction and Building Materials*, 52, pp. 189-193.
- BEHFARNIA, K., SALEMI, N. (2013). *The effects of nano-silica and nano-alumina on frost resistance of normal concrete*. *Construction and Building Materials*, 48, pp. 580-584.
- BIRGISSON, B., MUKHOPADHYAY, A.K., GEARY, G., KHAN, M., SOBOLEV, K. (2012). *Nanotechnology in Concrete Materials - A Synopsis*. *Transportation Research Circular E-C170*. Washington.
- BOUZABATA, H., MULTON, S., SELLIER, A., HOUARI, H. (2012). *Swellings due to alkali-silica reaction and delayed ettringite formation: Characterization of expansion isotropy and effect of moisture conditions*. *Cement & Concrete Composites*, 34, pp. 349-356.
- BRAGANÇA, M.O.G.P. (2014). *Avaliação e monitoramento dos mecanismos de deterioração do concreto exposto aos íons cloreto e sulfato e o efeito da adição de nano- Fe_3O_4 por espectroscopia de impedância eletroquímica*. Tese (Doutorado), Universidade Federal do Paraná, Programa interdisciplinar de engenharia e ciência dos materiais, Curitiba, 165 p.

- BRAGANÇA, M.O.G.P., PORTELLA, K.F., BONATO, M.M., ALBERTI, E., MARINO C.E.B. (2016). *Performance of Portland cement concretes with 1% nano-Fe₃O₄ addition: Electrochemical stability under chloride and sulfate environments. Construction and Building Materials*, 117, pp. 152-162.
- CÂNDIDO, W.F., HASPARYK, N.P.; CARASEK, H., MONTEIRO, P.J.M. (2010). *Estudo de tratamentos com lítio no combate da reação álcali-agregado: Parte 1 – Concreto. Anais do 52º Congresso Brasileiro do Concreto, IBRACON 2010*.
- CARLES-GIBERGUES, A. CYR, M., MOISSON, M., RINGOT, E. (2008). *A Simple way to mitigate alkali-silica reaction. Materials and Structures*. 41, pp. 73-83.
- CARRAZEDO, R. (2004). *Modelagem Numérica da Expansão do Concreto devido à Reação Álcali-Agregado. Dissertação (Mestrado), Universidade Federal do Paraná, Programa de pós-graduação em métodos numéricos em engenharia, Curitiba, 104 p.*
- CIMENTO.ORG - O MUNDO DO CIMENTO (2010). *Acesso em 16 de novembro de 2015, disponível em <http://cimento.org/>.*
- Da SILVA, D.J.F. (2007). *Estudo dos efeitos do nitrato de lítio na expansão de argamassas sujeitas a reação álcali-sílica. Dissertação (Mestrado), Universidade Estadual Paulista, Programa de pós-graduação em engenharia civil, Ilha Solteira, 99 p.*
- EL-DIASTY, F., EL-SAYED, H.M., EL-HOSINY F.I., ISMAIL M.I.M. (2009). *Complex susceptibility analysis of magneto-fluids: Optical band gap and surface studies on the nanomagnetite-based particles. Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 13, pp. 28-34.
- FILLA, J. C. (2011). *Estudo da utilização de pó ultrafino de basalto como adição na preparação de um cimento mitigador da reação álcali-sílica. Dissertação (Mestrado), Universidade Estadual de Londrina, Londrina. 171 p.*
- GOMES NETO, D.P., BARRETO, L.S. (2013). *Uma discussão sobre a reação-álcali agregado (RAA), seu mecanismo e os fatores que a influenciam. Anais do IX congresso internacional sobre patologia e recuperação de estruturas, CINPAR 2013*.
- GOMES, E.A. de O. (2008). *Recuperação estrutural de blocos de fundação afetados pela reação álcali-agregado – a experiência do Recife. Dissertação (Mestrado), Universidade Católica de Pernambuco, Pós-graduação em Engenharia Civil, Recife. 136 p.*
- HALLOCK, M.F., GREENLEY, P., DIBERARDINIS, L., KALLIN, D. (2009). *Potential risks of nanomaterials and how to safely handle materials of uncertain toxicity. Journal of Chemical Health & Safety, January/February, pp. 16-23.*

- HASPARYK, N.P. (1999). *Investigação dos mecanismos da reação álcali-agregado - efeito da cinza da casca de arroz e da sílica ativa*. Dissertação (Mestrado), Universidade Federal de Goiás, Escola de Engenharia Civil, Goiânia. 257 p.
- HASPARYK, N.P., ANDRADE, M.A.S., MUNIZ, F.C., LIDUÁRIO, A.S., BITTENCOURT, R.M., ANDRADE, W.P. (2002). *Estudo da influência de adições na durabilidade e microestrutura do concreto*. Anais do 44º Congresso Brasileiro do Concreto, IBRACON 2002.
- HASPARYK, N.P. (2005). *Investigação de concretos afetados pela reação álcali-agregado e caracterização avançada do gel exsudado*. Tese (Doutorado), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre. 326 p.
- HASPARYK, N.P. (2011). *Reação álcali-Agregado no Concreto*. In: CONCRETO: CIENCIA E TECNOLOGIA. Editor Geraldo C. Isaia. 1ª Edição, v. 2, p. 933-1001.
- KATAYAMA, T. (2004). *How to identify carbonate rock reactions in concrete*. Materials Characterization, 53, pp. 85-104.
- KUPERMAN, S.C., SALES, F.M., PÍNFAARI, J.C., CARNEIRO, E.F. (2005). *Detecção da reação álcali-agregado*. Seminário Nacional de Grandes Barragens. Anais. 26, pp. 1-14.
- LANGILLE, K.B., NGUYEN, D., BERNT, J.O., VEINOT, D.E., MURTHY, M.K. (1991). *Mechanism of dehydration and intumescence of soluble silicates*. Journal of Materials Sciences, 26, pp. 695-703.
- LI, H., XIAO, H., YUAN, J., OU, J. (2004). *Microstructure of cement mortar with nanoparticles*. Composites: Part B, 35, pp. 185-189.
- LÓPEZ-BUENDÍA, A.M., CLIMENT, V., VERDÚ, P. (2006). *Lithological influence of aggregate in the alkali-carbonate reaction*. Cement and Concrete Research, 36, pp. 1490-1500.
- MEHTA, P.K., MONTEIRO, P.J.M. (2008). *Concreto: microestrutura, propriedades e materiais*. 3ª. ed. São Paulo: Ibracon.
- MINEROPAR – SERVIÇO GEOLÓGICO DO PARANÁ. (2016). Acesso em 13 de maio de 2016, disponível em <http://www.mineropar.pr.gov.br>.
- MIZUMOTO, C. (2009). *Investigação da Reação Álcali-Agregado (RAA) em Testemunhos de Concreto e Agregados Constituintes*. Dissertação (Mestrado), Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, Ilha Solteira. 162 p.
- MUNHOZ, F.A.C. (2008). *Efeito de adições ativas na mitigação das reações álcali-sílica e álcali-silicato*. Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP, Departamento de Engenharia de Construção Civil, BT/PCC/498, pp. 18.

- OUTULU, M., SAHIN, R. (2013). *Effect of nano-SiO₂, nano-Al₂O₃ and nano-Fe₂O₃ powders on compressive strengths and capillary water absorption of cement mortar containing fly ash: A comparative study. Energy and Buildings, 58, pp. 292-301.*
- PAULON, A.W. (1981). *Reações Álcali-Agregado em Concreto. Dissertação (Mestrado), Universidade de São Paulo, Escola Politécnica, São Paulo. 114 p.*
- PEDROZO, P.H., SAVA, J.A., CRUZEIRO, A.C., LACERDA, L.A., PAULON, V., SABBAG, A.F., CARRAZEDO, R. (2003). *Diagnóstico de previsão da degradação de estruturas de concreto devido a Reação Álcali-Agregado na UHE Mascarenhas. Anais do 2º Congresso de Inovação Tecnológica em Energia Elétrica, CITENEL 2003.*
- PEREIRA, E., PORTELLA, K.F., BRAGANÇA, M.O.G.P., OCHILISKI, L.M., OLIVEIRA, I.C. (2016). *Oxidação da pirita e seus efeitos em argamassas de cimento Portland sujeitas ao ataque por sulfatos de origem interna. Revista Matéria, v. 21, n. 2, p. 342-354.*
- PIRES, K.O. (2009). *Investigação do potencial reativo álcali-agregado residual – um estudo de caso. Dissertação (Mestrado), Universidade Federal do Paraná, Programa de pós-graduação em construção civil, Curitiba. 167 p.*
- PORTELLA, K.F., MAZUR, M.M., BRAGANÇA, M.O.G.P., SILVA, E. de M., BRONHOLO, J.L., PIANARO, S.A., ALBERTI, E. (2016). *Plasma CC pulsado como ferramenta para a geração de nanomateriais mitigadores de reação álcali-agregado em concretos de cimento Portland. Anais do XII congresso internacional sobre patologia e recuperação de estruturas, CINPAR 2016.*
- POSSAN, E., DEMOLINER, C.A. (2013). *Desempenho, durabilidade e vida útil das edificações: Abordagem geral.*
- PREZZI, M., MONTEIRO, P.J.M., SPOSITO, G. (1997). *The alkali-silica reaction Part I: use of the double-layer theory to explain the behavior of reaction-product gel. ACI Materials Journal, 94, pp.10-17.*
- QUARCIONI, V.A., CHOTOLI, F.F., ALEIXO, D.M. (2003). *Proposta de método para determinação de sais solúveis em argamassas endurecidas. Simpósio Brasileiro de Tecnologia em Argamassas, São Paulo, SBTA.*
- RAJABIPOUR, F., GIANNINI, E., DUNANT, C., IDEKER, J.H., THOMAS, M.D.A. (2015). *Alkali-silica reaction: Current understanding of the reaction mechanisms and the knowledge gaps. Cement and Concrete Research, 76, pp. 130-146.*
- RASHAD, A. (2013). *Review: A synopsis about the effect of nano-Al₂O₃, nano-Fe₂O₃, nano-Fe₃O₄ e nano-clay on some properties of cementitious materials - A short guide for Civil Engineer. Materials Design, 52, pp. 143-157.*

- ROLIM, P.H.B. (2010). *Reação álcali-agregado: Avaliação do método químico de ensaio. Dissertação (Mestrado), Universidade Federal de Santa Catarina, Pós-graduação em Engenharia Civil, Florianópolis. 109 p.*
- ROUSSELET, A.; THIÉRY, V.; BULTEEL, D. (2016). *Threshold effect in alkali-silica reaction inhibition on micro-mortars and mortars with LiOH. Anais da 15ª conferência internacional sobre reação álcali-agregado em concreto, ICAAR 2016.*
- ROY, D.M., TIKALSKY, P.J., SCHEETZ, B.E., ROSENBERGER, J., KRIZE, T., ARJUNAN, P. (2003). *Influence of Portland Cement Characteristics on Alkali Silica Reactivity. TRB 2003 Annual Meeting CD-ROM.*
- SABBAG, A.F. (2003). *Verificação da existência de reação álcali-agregado no concreto da UHE de Mascarenhas. Dissertação (Mestrado), Universidade Federal do Paraná, Pós-graduação em construção civil, Curitiba. 105 p.*
- SANCHEZ, F., SOBOLEV, K. (2010). *Nanotechnology in concrete - A review. Construction and Building Materials, 24, pp. 2060-2071.*
- SANCHEZ, L.F.M. (2008). *Contribuição ao estudo dos métodos de ensaio na avaliação das reações álcali-agregado em concretos. Dissertação (Mestrado), Universidade de São Paulo, Departamento de engenharia de construção civil, São Paulo. 168 p.*
- SHEKARI, A.H., RAZZAGHI, M.S. (2011). *Influence of nano particles on durability and mechanical properties of high performance concrete. Procedia Engeneering, 14, pp. 3036-3041.*
- SILVA, P.N. (2007). *Reação álcali agregado nas usinas hidrelétricas do complexo Paulo Afonso / CHESF. Influência da reação nas propriedades do concreto. Dissertação (Mestrado), Universidade de São Paulo, Escola Politécnica, São Paulo. 220 p.*
- SILVEIRA, A.A. (2007). *Contribuição ao estudo do efeito da casca de arroz em concretos submetidos à reação álcali-agregado. Tese (Doutorado), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre. 226 p.*
- SILVEIRA, A.L.Z. de P. (2006). *Estudo da reação álcali-agregado em rochas carbonáticas. Dissertação (Mestrado), Universidade Federal de Brasília, Brasília. 194 p.*
- STANTON, T.E. (1940). *Expansion of concrete through reaction between cement and aggregate. In: Proc. Amer. Soc. Eng., 66, pp. 1781-1811.*
- SWAMY, R.N., ASALI, M.M. (1988). *Engineering properties of concrete affected by alkali silica reaction. ACI Materials Journal, 85, pp. 367-374.*

- TAMBELLI, C.E., SCHNEIDER, J.F., HASPARYK, N.P., MONTEIRO, P.J.M. (2006). *Study of the structure of alkali-silica reaction gel by high-resolution NMR spectroscopy. Journal of Non-Crystalline Solids*, 352, pp. 3429-3436.
- TENÓRIO, J.A.S. ARAÚJO, F.G.S., PEREIRA, S.S.R., FERREIRA, A.V., ESPINOSA, D.C.R., BARROS, A. (2003). *Decomposição da fase majoritária do cimento portland - parte II: alita com adições de Fe e Al. Metalurgia e Materiais*, 56, pp. 113-117.
- TIECHER, F. (2006). *Reação álcali-agregado: avaliação do comportamento de agregados do sul do Brasil quando se altera o cimento utilizado. Dissertação (Mestrado), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre. 182 p.*
- THOMAS, M.D.A., FOURNIER, B., FOLLIARD K.J., IDEKER J. H., RESENDEZ, Y (2007). *The use of lithium to prevent or mitigate alkali-silica reaction in concrete pavements and structures. Technical Report Documentation - Publication NO. fhwa-hrt-06-133. Research, Development, and Technology Turner-Fairbank Highway Research Center.*
- THOMAZ, E.C.S. *Hidratação do cimento - Apostila, 24 p.*
- TUDO ENGENHARIA CIVIL, I.O. (2012). *Tudo Engenharia Civil. Acesso em 20 de julho de 2015, disponível em: <http://tudoengenhariacivil.blogspot.com.br/>*
- TUTHILL, L.H. (1982). *Alkali-silica reaction - 40 years later. Concrete International*, 4, pp. 32-36.
- WANG, H. (1990). *Alkali-silica reaction: mechanism. Significance of chemical and mineral admixtures. Tese (Doutorado), University of Calgary, Calgary - Canadá. 330 p.*

APÊNDICES

APÊNDICE 1 - Dados dos monitoramentos da expansão – Avaliação da reatividade pelos métodos de envelhecimento acelerado e em longo prazo	123
APÊNDICE 2 - Dados dos monitoramentos de variação da massa – Barras de argamassa e prismas de concreto	128
APÊNDICE 3 - Resultados obtidos nos ensaios físicos e mecânicos do concreto.....	131

APÊNDICE 1 - Dados dos monitoramentos da expansão - Avaliação da reatividade pelos métodos de envelhecimento acelerado e em longo prazo

Nesta sessão estão apresentados os dados detalhados dos monitoramentos realizados nos ensaios de avaliação da reatividade pelos métodos de envelhecimento acelerado e a longo prazo. Nas tabelas a seguir, estão os resultados coletados para as expansões das dosagens das barras de argamassa (DA1 a DA6).

TABELA A.1 - EXPANSÕES VERIFICADAS NO ENSAIO DA DOSAGEM DA1

Idade de ensaio (dias)	Expansão do CP 1 (%)	Expansão do CP 2 (%)	Expansão do CP 3 (%)	Expansão média (%)	Desvio padrão
0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
2	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
5	0,248	0,243	0,248	0,247	0,003
7	0,363	0,355	0,365	0,361	0,006
9	0,392	0,385	0,396	0,391	0,006
12	0,428	0,420	0,430	0,426	0,006
14	0,445	0,436	0,449	0,443	0,007
16	0,465	0,456	0,468	0,463	0,006
19	0,489	0,480	0,493	0,487	0,007
21	0,501	0,491	0,506	0,500	0,008
26	0,534	0,523	0,540	0,532	0,008
28	0,544	0,533	0,550	0,542	0,008
30	0,548	0,538	0,555	0,547	0,009

FONTE: A Autora (2016).

TABELA A.2 - EXPANSÕES VERIFICADAS NO ENSAIO DA DOSAGEM DA2

Idade de ensaio (dias)	Expansão do CP 1 (%)	Expansão do CP 2 (%)	Expansão do CP 3 (%)	Expansão média (%)	Desvio padrão
0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
2	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
5	0,262	0,258	0,245	0,255	0,009
7	0,377	0,362	0,357	0,365	0,010
9	0,407	0,389	0,384	0,394	0,012
12	0,442	0,422	0,418	0,427	0,013
14	0,462	0,447	0,437	0,448	0,012
16	0,481	0,459	0,454	0,465	0,014
19	0,505	0,482	0,476	0,488	0,015
21	0,518	0,494	0,490	0,500	0,015
26	0,551	0,525	0,521	0,532	0,016
28	0,561	0,534	0,531	0,542	0,016
30	0,566	0,540	0,535	0,547	0,017

FONTE: A Autora (2016).

TABELA A.3 - EXPANSÕES VERIFICADAS NO ENSAIO DA DOSAGEM DA3

Idade de ensaio (dias)	Expansão do CP 1 (%)	Expansão do CP 2 (%)	Expansão do CP 3 (%)	Expansão média (%)	Desvio padrão
0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
2	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
5	0,247	0,253	0,251	0,250	0,003
7	0,365	0,354	0,376	0,365	0,011
9	0,395	0,380	0,408	0,395	0,014
12	0,434	0,411	0,441	0,429	0,016
14	0,446	0,432	0,463	0,447	0,016
16	0,466	0,450	0,484	0,467	0,017
19	0,487	0,469	0,507	0,488	0,019
21	0,502	0,482	0,522	0,502	0,020
26	0,536	0,514	0,555	0,535	0,021
28	0,546	0,523	0,565	0,545	0,021
30	0,551	0,528	0,571	0,550	0,022

FONTE: A Autora (2016).

TABELA A.4 - EXPANSÕES VERIFICADAS NO ENSAIO DA DOSAGEM DA4

Idade de ensaio (dias)	Expansão do CP 1 (%)	Expansão do CP 2 (%)	Expansão do CP 3 (%)	Expansão média (%)	Desvio padrão
0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
2	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
5	0,249	0,254	0,255	0,253	0,003
7	0,323	0,321	0,332	0,325	0,006
9	0,347	0,343	0,356	0,349	0,007
12	0,377	0,373	0,387	0,379	0,007
14	0,395	0,390	0,404	0,396	0,007
16	0,413	0,408	0,423	0,414	0,008
19	0,430	0,425	0,442	0,432	0,009
21	0,441	0,435	0,452	0,443	0,009
26	0,468	0,461	0,480	0,470	0,010
28	0,476	0,469	0,488	0,477	0,009
30	0,480	0,472	0,491	0,481	0,010

FONTE: A Autora (2016).

TABELA A.5 - EXPANSÕES VERIFICADAS NO ENSAIO DA DOSAGEM DA5

Idade de ensaio (dias)	Expansão do CP 1 (%)	Expansão do CP 2 (%)	Expansão do CP 3 (%)	Expansão média (%)	Desvio padrão
0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0000
2	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0000
4	0,163	0,178	0,162	0,167	0,0089
7	0,527	0,542	0,505	0,524	0,0185
11	0,625	0,706	0,593	0,641	0,0581
14	0,668	0,688	0,635	0,663	0,0264
17	0,714	0,731	0,677	0,707	0,0276
18	0,729	0,760	0,689	0,726	0,0359
21	0,760	0,787	0,716	0,754	0,0357
23	0,770	0,790	0,726	0,762	0,0325
25	0,780	0,798	0,734	0,771	0,0331
28	0,801	0,812	0,751	0,788	0,0323
30	0,816	0,810	0,759	0,795	0,0314

FONTE: A Autora (2016).

TABELA A.6 - EXPANSÕES VERIFICADAS NO ENSAIO DA DOSAGEM DA6

Idade de ensaio (dias)	Expansão do CP 1 (%)	Expansão do CP 2 (%)	Expansão do CP 3 (%)	Expansão média (%)	Desvio padrão
0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
2	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
4	0,176	0,177	0,170	0,175	0,004
7	0,522	0,482	0,489	0,498	0,021
9	0,579	0,526	0,542	0,549	0,027
11	0,613	0,559	0,574	0,582	0,028
14	0,652	0,594	0,611	0,619	0,030
17	0,693	0,630	0,654	0,659	0,032
18	0,706	0,642	0,667	0,671	0,032
21	0,730	0,663	0,691	0,695	0,034
23	0,742	0,672	0,704	0,706	0,035
25	0,747	0,676	0,732	0,718	0,037
28	0,766	0,692	0,748	0,735	0,038
30	0,774	0,700	0,759	0,744	0,040

FONTE: A Autora (2016).

Nas próximas tabelas, estão os resultados coletados para as expansões das dosagens dos prismas de concreto (DC1 a DC4).

TABELA A.7 - EXPANSÕES VERIFICADAS NO ENSAIO DA DOSAGEM DC1

Idade de ensaio (dias)	Expansão do CP 1 (%)	Expansão do CP 2 (%)	Expansão do CP 3 (%)	Expansão do CP 4 (%)	Expansão média (%)	Desvio padrão
0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
7	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
28	-0,054	-0,052	-0,031	-0,029	-0,041	0,013
56	-0,054	-0,057	-0,038	-0,022	-0,043	0,016
69	-0,054	-0,057	-0,038	-0,022	-0,043	0,016
90	-0,114	-0,049	-0,042	-0,038	-0,061	0,036
121	-0,120	-0,068	-0,053	-0,048	-0,072	0,033
149	-0,130	-0,076	-0,058	-0,055	-0,080	0,035
181	-0,127	-0,045	-0,056	-0,055	-0,071	0,038
210	-0,137	-0,047	-0,057	-0,059	-0,075	0,042
240	-0,146	-0,066	-0,060	-0,066	-0,084	0,041
289	-0,147	-0,069	-0,052	-0,082	-0,087	0,041
300	-0,152	-0,076	-0,057	-0,077	-0,091	0,042
335	-0,156	-0,061	-0,042	-0,059	-0,080	0,052
366	-0,210	-0,059	-0,039	-0,099	-0,102	0,076

FONTE: A Autora (2016).

TABELA A.8 - EXPANSÕES VERIFICADAS NO ENSAIO DA DOSAGEM DC2

Idade de ensaio (dias)	Expansão do CP 1 (%)	Expansão do CP 2 (%)	Expansão do CP 3 (%)	Expansão do CP 4 (%)	Expansão média (%)	Desvio padrão
0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
7	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
28	-0,015	-0,019	-0,016	-0,015	-0,016	0,002
56	-0,018	-0,014	-0,016	-0,015	-0,016	0,002
61	-0,018	-0,014	-0,016	-0,015	-0,016	0,002
90	-0,028	-0,023	-0,025	-0,031	-0,027	0,004
120	-0,032	-0,032	-0,034	-0,029	-0,032	0,002
152	-0,033	-0,026	-0,026	-0,050	-0,034	0,011
180	-0,037	-0,031	-0,034	-0,055	-0,039	0,011
210	-0,036	-0,027	-0,027	-0,055	-0,036	0,013
239	-0,038	-0,042	-0,032	-0,048	-0,040	0,007
273	-0,023	-0,034	-0,020	-0,038	-0,029	0,008
281	-0,027	-0,031	-0,028	-0,065	-0,038	0,018
300	-0,030	-0,041	-0,021	-0,050	-0,036	0,012
330	-0,026	-0,040	-0,016	-0,049	-0,033	0,014
365	-0,034	-0,046	-0,025	-0,055	-0,040	0,013

FONTE: A Autora (2016).

TABELA A.9 - EXPANSÕES VERIFICADAS NO ENSAIO DA DOSAGEM DC3

Idade de ensaio (dias)	Expansão do CP 1 (%)	Expansão do CP 2 (%)	Expansão do CP 3 (%)	Expansão do CP 4 (%)	Expansão média (%)	Desvio padrão
0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
8	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
29	0,010	0,009	0,011	0,010	0,010	0,001
40	0,010	0,009	0,011	0,010	0,010	0,001
57	0,007	0,006	0,005	-0,002	0,004	0,004
91	0,000	-0,002	0,003	-0,009	-0,002	0,005
120	-0,007	-0,008	-0,002	-0,010	-0,007	0,003
152	-0,008	-0,008	0,001	-0,016	-0,008	0,007
181	-0,016	-0,008	-0,008	-0,014	-0,011	0,004
211	-0,016	-0,004	0,003	-0,021	-0,009	0,011
260	-0,008	-0,002	0,000	-0,029	-0,010	0,013
271	-0,013	-0,008	-0,003	-0,025	-0,012	0,009
299	-0,003	0,005	0,011	-0,002	0,003	0,007
330	-0,006	-0,005	-0,001	-0,014	-0,007	0,005
365	-0,008	-0,005	0,002	-0,011	-0,005	0,005

FONTE: A Autora (2016).

TABELA A.10 - EXPANSÕES VERIFICADAS NO ENSAIO DA DOSAGEM DC4

Idade de ensaio (dias)	Expansão do CP 1 (%)	Expansão do CP 2 (%)	Expansão do CP 3 (%)	Expansão do CP 4 (%)	Expansão média (%)	Desvio padrão
0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
7	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
28	0,003	0,012	0,002	-0,007	0,003	0,008
35	0,003	0,012	0,002	-0,007	0,003	0,008
56	0,007	0,010	-0,010	-0,005	0,000	0,009
91	-0,001	0,006	-0,008	-0,018	-0,005	0,010
120	-0,012	-0,007	-0,021	-0,034	-0,018	0,012
150	-0,015	-0,012	-0,022	-0,037	-0,021	0,011
182	-0,009	-0,002	-0,020	-0,030	-0,015	0,012
210	-0,012	-0,013	-0,020	-0,032	-0,019	0,009
255	-0,006	0,005	-0,022	-0,052	-0,019	0,025
269	-0,013	-0,003	-0,031	-0,052	-0,025	0,021
301	0,004	0,012	-0,012	-0,028	-0,006	0,018
332	-0,007	-0,026	-0,050	-0,064	-0,037	0,025
366	-0,004	0,001	-0,024	-0,054	-0,020	0,025

FONTE: A Autora (2016).

APÊNDICE 2 - Dados dos monitoramentos de variação da massa – Barras de argamassa e prismas de concreto

Nesta sessão estão apresentados os dados detalhados da variação das massas das argamassas e dos concretos. Nas tabelas a seguir, estão as informações coletadas para os corpos-de-prova das dosagens DA5 e DA6, e para os prismas de concreto das dosagens DC1 a DC4.

TABELA A.11 - MASSAS COLETADAS NO ENSAIO DA DOSAGEM DA5

Idade do monitoramento (dias)	Massa do CP 1 (g)	Massa do CP 2 (g)	Massa do CP 3 (g)
1	455,8	437,7	438,1
2	456,5	438,3	438,7
4	461,3	443,1	443,5
9	465,5	447,0	447,7
11	467,3	448,6	449,2
14	468,3	449,6	450,1
17	469,1	450,2	450,8
18	469,2	450,2	450,8
21	469,72	450,67	451,25
23	469,64	450,61	451,2
25	470,01	451,13	451,55
28	470,15	451,24	451,68
30	470,12	451,17	451,85

FONTE: A Autora (2016).

TABELA A.12 - MASSAS COLETADAS NO ENSAIO DA DOSAGEM DA6

Idade do monitoramento (dias)	Massa do CP 1 (g)	Massa do CP 2 (g)	Massa do CP 3 (g)
1	460,5	428,4	453,7
2	461,0	428,8	454,0
4	465,8	433,3	459,0
9	470,1	437,2	463,1
11	471,8	438,9	464,8
14	472,8	439,7	465,7
17	473,2	440,1	466,1
18	473,2	440,0	466,1
21	473,65	440,4	466,39
23	473,69	440,44	466,55
25	473,9	440,7	466,68
28	473,92	440,65	466,79
30	474,32	441,07	467,27

FONTE: A Autora (2016).

TABELA A.13 - MASSAS COLETADAS NO ENSAIO DA DOSAGEM DC1

Idade do monitoramento (dias)	Massa do CP 1 (g)	Massa do CP 2 (g)	Massa do CP 3 (g)	Massa do CP 4 (g)
7	4129,8	4096,1	4139,4	4094,1
28	4138,9	4107,2	4144,6	4106,7
56	4148,3	4106,7	4146,2	4094,4
90	4148,6	4110,7	4152,5	4109,7
101	4150,4	4112,2	4153,2	4099,1
121	4151,4	4113,9	4153,5	4097,4
149	4153,3	4112,1	4154,3	4094,6
181	4145,5	4111,5	4153,0	4095,9
210	4148,6	4109,5	4151,7	4088,4
240	4149,8	4113,6	4152,5	4092,1
289	4151,4	4113	4159,8	4102,1
300	4146,8	4111	4159,3	4095,6
335	4151,9	4115,5	4160	4081,8
366	4151,4	4113,4	4159	4086,7

FONTE: A Autora (2016).

TABELA A.14 - MASSAS COLETADAS NO ENSAIO DA DOSAGEM DC2

Idade do monitoramento (dias)	Massa do CP 1 (g)	Massa do CP 2 (g)	Massa do CP 3 (g)	Massa do CP 4 (g)
1	4199,0	4186,7	4087,6	4141,4
7	4189,3	4186,0	4086,9	4118,7
28	4193,0	4192,3	4093,4	4147,0
56	4201,5	4197,2	4097,5	4135,0
90	4207,8	4196,4	4100,9	4134,7
92	4207,9	4197,0	4101,2	4146,1
120	4203,7	4198,3	4101,7	4153,9
152	4204,7	4198,7	4102,9	4149,4
180	4208,0	4198,8	4100,3	4134,5
210	4201,4	4192,5	4100,9	4136,0
239	4204,3	4195,7	4100,8	4137,2
273	4204,7	4197,5	4098,2	4136,2
300	4205,4	4200,5	4101,7	4141,7
330	4205,9	4199,2	4102,7	4127,6
365	4201,3	4199,0	4102,3	4134,6

FONTE: A Autora (2016).

TABELA A.15 MASSAS COLETADAS NO ENSAIO DA DOSAGEM DC3

Idade do monitoramento (dias)	Massa do CP 1 (g)	Massa do CP 2 (g)	Massa do CP 3 (g)	Massa do CP 4 (g)
1	4233,6	4160,2	4268,7	4231,7
8	4235,2	4159,7	4268,2	4255,0
29	4243,2	4167,7	4276,0	4240,8
57	4249,7	4172,2	4276,4	4232,5
92	4251,3	4178,3	4290,4	4250,3
120	4255,4	4177,9	4284,7	4245,7
152	4252,0	4175,3	4289,4	4246,4
181	4252,8	4175,1	4290,5	4243,8
211	4252,3	4177,2	4291,3	4246,9
260	4255,7	4178,1	4287,9	4257,0
271	4255,0	4181,1	4291,1	4253,3
299	4254,5	4183,2	4293,5	4253,6
330	4254,8	4184,2	4292,5	4236,5
365	4253,4	4183,3	4293,4	4234,1

FONTE: A Autora (2016).

TABELA A.16 - MASSAS COLETADAS NO ENSAIO DA DOSAGEM DC4

Idade do monitoramento (dias)	Massa do CP 1 (g)	Massa do CP 2 (g)	Massa do CP 3 (g)	Massa do CP 4 (g)
1	4367,8	4290,7	4273,1	4270,1
28	4366,9	4292,8	4271,7	4256,1
56	4373,5	4297,6	4276,0	4283,5
66	4375,4	4299,0	4274,2	4267,3
91	4380,0	4301,2	4276,2	4287,4
120	4383,5	4303,1	4280,6	4264,7
150	4386,3	4301,0	4283,6	4249,0
182	4384,2	4303,7	4281,1	4267,4
210	4385,5	4299,4	4281,1	4266,1
240	4384,0	4305,1	4281,1	4265,0
269	4379,7	4305,9	4282,6	4262,2
301	4382,9	4306,5	4283,5	4258,6
332	4381,6	4305,0	4284,3	4267,4
366	4381,4	4306,8	4283,4	4263,2

FONTE: A Autora (2016).

APÊNDICE 3 – Resultados obtidos nos ensaios físicos e mecânicos do concreto

Neste item, estão apresentados os resultados obtidos nos ensaios físicos e mecânicos dos concretos dosados. Nas tabelas a seguir, estão detalhados os dados referentes às dosagens DC5 e DC6.

TABELA A.17 - RESULTADOS DOS ENSAIOS DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO AXIAL (MPa) - DOSAGENS DC5 E DC6

Idade (dias)	DC5		Média	Desvio	DC6		Média	Desvio
	1	2			1	2		
7	19,50	24,10	21,80	3,2	26,20	23,60	24,90	1,8
28	27,90	34,50	31,20	4,7	32,70	31,10	31,90	1,1
90	30,40	31,20	30,80	0,6	32,30	39,00	35,65	4,7
180	32,50	33,90	33,20	1,0	33,70	39,00	36,35	3,7
360	43,40	44,20	43,80	0,6	38,20	39,90	39,05	1,2

FONTE: A Autora, 2016.

TABELA A.18 - RESULTADOS DOS ENSAIOS DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO POR COMPRESSÃO DIAMETRAL (MPa) - DOSAGENS DC5 E DC6

Idade (dias)	DC5		Média	Desvio	DC6		Média	Desvio
	1	2			1	2		
7	2,53	3,09	2,81	0,4	2,29	3,03	2,66	0,5
28	2,97	3,13	3,05	0,1	3,21	3,64	3,43	0,3
90	3,37	3,88	3,63	0,4	3,56	3,57	3,57	0,0
180	4,39	3,84	4,12	0,4	3,90	5,05	4,48	0,8
360	4,58	4,58	4,58	0,0	3,71	3,71	3,71	0,0

FONTE: A Autora, 2016.

TABELA A.19 - RESULTADOS DOS ENSAIOS DE MÓDULO DE ELASTICIDADE (MPa) - DOSAGENS DC5 E DC6

Idade (dias)	DC5		Média	Desvio	DC6		Média	Desvio
	1	2			1	2		
7	27,00	26,20	26,60	0,6	27,10	22,20	24,65	3,5
28	29,10	34,00	31,55	3,5	33,90	37,40	35,65	2,5
90	35,60	36,00	35,80	0,3	38,90	38,40	38,65	0,3
180	39,00	35,90	37,45	2,2	39,30	40,20	39,75	0,6
360	38,60	31,90	35,25	4,7	38,50	38,2	38,35	0,2

FONTE: A Autora, 2016.

TABELA A.20 - RESULTADOS DOS ENSAIOS DE ABSORÇÃO DE ÁGUA APÓS SATURAÇÃO E FERVURA (%) - DOSAGENS DC5 E DC6

Idade (dias)	DC5		Média	Desvio	DC6		Média	Desvio
	1	2			1	2		
7	-	-	-	-	-	-	-	-
28	6,70	6,34	6,52	0,2	6,96	7,02	6,99	0,0
90	5,28	5,49	5,39	0,1	5,54	5,74	5,64	0,1
180	4,67	4,30	4,49	0,3	5,16	5,08	5,12	0,1
360	5,86	5,63	5,75	0,2	5,56	5,34	5,45	0,2

FONTE: A Autora, 2016.

TABELA A.21 - RESULTADOS DOS ENSAIOS DE ÍNDICE DE VAZIOS APÓS SATURAÇÃO E FERVURA (%) - DOSAGENS DC5 E DC6

Idade (dias)	DC5		Média	Desvio	DC6		Média	Desvio
	1	2			1	2		
7	-	-	-	-	-	-	-	-
28	16,24	15,53	15,8	0,5	16,75	16,79	16,77	0,0
90	12,95	13,47	13,2	0,4	13,53	14,07	13,80	0,4
180	11,56	10,81	11,1	0,5	11,78	11,96	11,87	0,1
360	14,22	13,77	14,0	0,3	13,53	13,19	13,36	0,2

FONTE: A Autora, 2016.